
Alma Mater Studiorum - Università di Bologna

DOTTORATO DI RICERCA IN

Ingegneria dei Materiali

XXV Ciclo

Settore Concorsuale di afferenza: 09-D1

Settore Scientifico disciplinare: ING-IND 22

**Studio degli effetti della mordenzatura con acido
fluoridrico sul disilicato di litio utilizzato in
odontoiatria**

Presentata da:

Dott.ssa **GINEVRA MARIA IORIZZO**

Coordinatore Dottorato e Relatore:

Prof. Ing. **GIORGIO TIMELLINI**

Correlatori:

Dott. **ARTURO SALOMONI**

Prof. **ROBERTO SCOTTI**

Prof. **PAOLO BALDISSARA**

Esame finale: **2014**

*“Esistono soltanto due cose: scienza ed opinione;
la prima genera conoscenza, la seconda ignoranza.”*

Ippocrate

Abstract	4
Introduzione e scopo dello studio	6

Parte introduttiva

Capitolo 1: Materiali ceramici in odontoiatria

1.1 Definizione	10
1.2 Storia dei materiali ceramici	10
1.3 Classificazione	12
1.3.1 In base alla microstruttura	12
1.3.1.1 Ceramiche vetrose	12
1.3.1.2 Ceramiche vetrose con disperse particelle cristalline	12
1.3.1.3 Ceramiche prevalentemente cristalline con dispersa una fase vetrosa	14
1.3.1.4 Ceramiche policristalline	15
1.3.2 In base alla tecnica di fabbricazione	17
1.3.2.1 Polvere/liquido	17
1.3.2.2 Pressatura	17
1.3.2.3 Sistemi CAD/CAM	18
1.4 Proprietà meccaniche	19
1.4.1 Test di resistenza alla flessione	22
1.4.1.1 Test di flessione uniassiale	22
1.4.1.2 Test di flessione biassiale	23
1.5 Caratteristiche estetiche	24
1.6 Biocompatibilità	25
1.7 Bibliografia	26

Capitolo 2: Disilicato di litio

2.1 Chimica del disilicato	30
2.2 Processo di formazione delle vetroceramiche e del disilicato di litio	33

2.3 Tecniche di produzione	35
2.4 Tecniche di lavorazione	37
2.5 Proprietà meccaniche	41
2.6 Colore e traslucenza	42
2.7 Indicazioni cliniche	42
2.8 Adesione e cementazione	43
2.9 Bibliografia	45

Parte sperimentale

Capitolo 3: Materiali e metodi

3.1 Disegno dello studio	50
3.2 Preparazione dei campioni	50
3.3 Analisi diffrattometrica (XRD)	54
3.4 Trattamenti superficiali con acido fluoridrico	54
3.5 Lappatura dei campioni	56
3.6 Effetti del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura	57
3.6.1 Analisi al profilometro ottico	57
3.6.2 Analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM-EDS)	58
3.7 Cementazione dei campioni	59
3.8 Effetti del trattamento acido sull'adesione	61
3.8.1 <i>Shear Bond Strength</i> Test	61
3.8.2 Analisi frattografica	62
3.9 Effetti del trattamento acido sulla resistenza meccanica: <i>Biaxial Flexural Strength</i>	63
3.10 Analisi statistica	64
3.10.1 Effetti del trattamento acido sull'adesione	64
3.10.2 Effetti del trattamento acido sulla resistenza meccanica	64
3.10 Bibliografia	65

Capitolo 4: Risultati

4.1 Analisi diffrattometrica	68
4.2 Effetti del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura	70
4.2.1 Analisi al profilometro	70
4.2.1.1 Campioni IPS e.max [®] Press non lappati	70
4.2.1.2 Campioni IPS e.max [®] Press lappati	73
4.2.1.3 Campioni IPS e.max [®] CAD non lappati	76
4.2.1.4 Campioni IPS e.max [®] CAD lappati	79
4.2.2 Analisi al SEM	88
4.2.2.1 Campioni IPS e.max [®] Press non lappati	88
4.2.2.2 Campioni IPS e.max [®] Press lappati	93
4.2.2.3 Campioni IPS e.max [®] CAD non lappati	98
4.2.2.4 Campioni IPS e.max [®] CAD lappati	103
4.3 Effetti del trattamento acido sull'adesione	108
4.3.1 <i>Shear Bond Strength</i> Test	108
4.3.2 Analisi frattografica	111
4.4 Effetti del trattamento acido sulla resistenza: <i>Biaxial Flexural Strength</i> test	115

Capitolo 5: Discussione

5.1 Introduzione	118
5.2 Influenza del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura	118
5.3 Influenza del trattamento acido sull'adesione tra disilicato e cemento resinoso	124
5.4 Influenza del trattamento acido sulla resistenza biassiale alla flessione	127
5.5 Bibliografia	129

Conclusioni	133
--------------------	-----

Ringraziamenti	135
-----------------------	-----

Abstract

Purpose: The aim of this study was to evaluate the changes induced by different etching treatments on the surface morphology and microstructure of two lithium disilicate-based glass ceramic (IPS e.max[®] Press and IPS e.max[®] CAD) and examine the effects on the bond strength between ceramic and composite resin and on the biaxial flexural strength.

Materials and methods: Seventy discs (12 mm diameter, 2 mm thickness) of each ceramic were prepared and divided in 5 groups: no treatment (G1), HF 5% 20s (G2), HF 5% 60s (G3), HF 9.6% 20s (G4), HF 9.6% 60s (G5). One specimen for each group was examined by optical profilometer and observed under scanning electron microscopy. On the other specimens was determined the shear bond strength (SBS) with a resin cement. After SBS test, specimens were loaded to failure using a piston-on-three-ball test to determine the biaxial flexural strength.

Results: morphological analysis of treated specimens showed that different etching treatments produces changes in surface roughness but this changes are not directly related to an increasing adhesion value. The SEM analysis revealed that etching causes microstructural changes in lithium disilicate which are more relevant with the increasing of etching time and acid concentration. The mean bond strength values (MPa) for IPS e.max[®] CAD are statistically higher in G2 and G3 ($21,28 \pm 4,9$ and $19,55 \pm 5,41$ respectively); for IPS e.max[®] Press, G3 has significant higher adhesion value ($16,80 \pm 3,96$). The mean biaxial flexural strength values (MPa) are significantly higher in IPS e.max[®] CAD (695 ± 161) than in IPS e.max[®] Press (588 ± 117). Etching with HF does not affect the flexural strength of the material.

Conclusions: lithium disilicate has to be etched preferably with 5% HF. Etching produces several changes in surface and microstructure of the material, but does not compromise the flexural strength.

Abstract

Scopo dello studio: valutare i cambiamenti indotti da diversi trattamenti di mordenzatura sulla morfologia superficiale e sulla microstruttura di due vetro-ceramiche a base disilicato di litio (IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD) ed esaminarne gli effetti sia sull'adesione con un cemento resinoso che sulla resistenza alla flessione.

Materiali e metodi: Settanta dischetti (12 mm di diametro, 2 mm di spessore) di ogni ceramica sono stati preparati e divisi in 5 gruppi: nessun trattamento (G1), HF 5% 20s (G2), HF 5% 60s (G3), HF 9.6% 20s (G4), HF 9.6% 60s (G5). Un campione per ogni gruppo è stato analizzato mediante profilometro ottico e osservato al SEM. Per gli altri campioni è stato determinato lo *shear bond strength* (SBS) con un cemento resinoso. Dopo l'SBS test, i campioni sono stati caricati fino a frattura utilizzando il *piston-on-three-ball test* per determinarne la resistenza biassiale alla flessione.

Risultati: L'analisi morfologica e microstrutturale dei campioni ha rivelato come diversi trattamenti di mordenzatura producano delle modifiche nella rugosità superficiale che non sono direttamente collegate ad un aumento dei valori di adesione e dei cambiamenti microstrutturali che sono più rilevanti con l'aumento del tempo di mordenzatura e di concentrazione dell'acido. I valori medi di adesione (MPa) per IPS e.max[®] CAD sono significativamente più alti in G2 e G3 ($21,28 \pm 4,9$ e $19,55 \pm 5,41$ rispettivamente); per IPS e.max[®] Press, i valori più elevati sono in G3 ($16,80 \pm 3,96$). La resistenza biassiale alla flessione media (MPa) è più alta in IPS e.max[®] CAD (695 ± 161) che in IPS e.max[®] Press (588 ± 117), ma non è influenzata dalla mordenzatura con HF.

Conclusioni: il disilicato di litio va mordenzato preferibilmente con HF al 5%. La mordenzatura produce alcuni cambiamenti superficiali e microstrutturali nel materiale, ma tali cambiamenti non ne influenzano la resistenza in flessione.

Introduzione e scopo dello studio

La riabilitazione protesica di un paziente odontoiatrico è volta a ripristinare la perdita di struttura dentale mediante materiali artificiali con l'obiettivo di ridare al paziente una corretta funzionalità e una buona estetica che durino nel tempo.

La ricerca di materiali idonei, con l'aiuto delle scienze biologiche, fisiche, chimiche e delle relative scienze ingegneristiche, è in continua evoluzione.

In particolare la ceramica, introdotta in odontoiatria da oltre due secoli, occupa da oltre cinquant'anni una parte preponderante dell'odontoiatria protesica e della relativa ricerca scientifica. I materiali ceramici sono infatti divenuti sinonimi di estetica, biocompatibilità, stabilità nell'ambiente orale e il problema della loro intrinseca fragilità è stato superato grazie allo sviluppo di sottostrutture di supporto con idonee proprietà meccaniche. Tali sottostrutture, tradizionalmente costituite da materiali metallici nei restauri in metallo-ceramica, sono oggi per lo più sostituite da ceramiche ad elevata resistenza nei cosiddetti restauri "*metal free*".

Tra i materiali più innovativi attualmente usati per questi restauri "*metal free*", spicca il disilicato di litio, un materiale ceramico che viene proposto per le sue eccellenti proprietà estetiche e per le ottime proprietà meccaniche. Caratteristica fondamentale di questo materiale, che entra a far parte delle vetroceramiche, è la sua possibilità di essere cementato in maniera adesiva alla struttura dentale.

Il disilicato di litio è costituito per il 70% da una fase cristallina principale di cristalli di disilicato e da una fase secondaria di cristalli di ortofosfato di litio; per il restante 30% è formato da una matrice vetrosa in cui sono immerse le fasi cristalline. Questo tipo di composizione rende il disilicato "sensibile" all'acido fluoridrico: se trattato con tale acido, il disilicato cambia la sua tessitura superficiale e la sua microstruttura: l'acido infatti dissolve la matrice vetrosa esponendo i cristalli di disilicato. In questo modo, la superficie che ne risulta, porosa e irregolare, diventa idonea per un legame micromeccanico con i cementi resinosi utilizzati per la cementazione del manufatto protesico al tessuto dentale.

Alla possibilità di creare un legame micromeccanico si aggiunge poi quella di creare un legame di tipo chimico grazie all'applicazione, sulla superficie del disilicato, di un

primer a base di silano, monomero bifunzionale che aumenta la bagnabilità di superficie e crea un legame chimico tra cemento e ceramica.

Poiché per il successo clinico di un restauro uno dei fattori più importanti è proprio quello di ottenere un legame durevole e predicibile tra la struttura dentale e il materiale ceramico, è necessario stabilire un protocollo preciso delle procedure di adesione e cementazione.

In letteratura, sebbene ci sia accordo sul fatto che le vetroceramiche debbano essere prima trattate con acido fluoridrico e poi con silano per avere una buona adesione con i cementi compositi, non c'è univocità sulla metodologia di utilizzo dell'acido fluoridrico: le concentrazioni di acido utilizzate vanno dal 5% al 10% e i tempi di applicazione variano da 20 secondi a due minuti.

Scopo di questo studio è stato valutare gli effetti di diversi tipi di trattamenti acidi sulle ceramiche a base di disilicato di litio presenti attualmente in commercio. In primo luogo è stato osservato come i diversi trattamenti influenzassero la tessitura superficiale e la microstruttura della ceramica; poi è stato valutato se e in che misura tali trattamenti modificassero il grado di adesione della superficie ceramica ad un cemento composito; infine, il materiale è stato sottoposto a prove per meccaniche per verificare se il cambiamento strutturale causato dall'acido incidesse in maniera negativa sulla resistenza in flessione dello stesso.

Capitolo 1

Materiali ceramici in odontoiatria

1.1 Definizione

Il termine ceramica deriva dal greco κέραμος, che significa terra da vasaio: è un materiale composto inorganico, non metallico, molto duttile allo stato naturale, rigido dopo la fase di cottura.

Le ceramiche dentali vengono definite come materiali inorganici composti da metalli (tipo alluminio, calcio, litio, magnesio, potassio, sodio, titanio, zirconio) e non-metalli (solitamente ossigeno) formulati per la produzione di un manufatto protesico [1].

Sono ottimi materiali in campo odontoiatrico in quanto biocompatibili, inerti, e con un'ottima resistenza all'usura all'interno della cavità orale. Hanno una bassa conducibilità termica e proprietà ottiche eccellenti, in quanto, grazie alla loro traslucenza, mimano con estrema efficacia l'apparenza della dentatura naturale.

Sono caratterizzate da un'elevata resistenza in compressione e una bassa resistenza in tensione: tale discrepanza nelle proprietà meccaniche conferisce loro una tendenza alla frattura fragile e una scarsa tenacità.

1.2 Storia dei materiali ceramici

Fino al diciottesimo secolo, per costruire le protesi dentarie, venivano utilizzati denti umani o di animali. Nel 1774, un farmacista francese Alexis Duchateau, constatando la decomposizione ed il cattivo odore dei denti naturali, decise di costruirsi da solo una protesi in porcellana; nel 1789, Dubois de Chemant, dentista di Duchateau, brevettò la prima ceramica ad uso dentale modificando la precedente versione di Duchateau: egli aggiunse all'impasto sabbia di Fontainebleu e soda di Alicante e ottenne, nel 1791, un brevetto di invenzione "per fabbricare, vendere, produrre in tutto il Regno per 15 anni". Pochi anni dopo, nel 1808, Giuseppeangelo Fonzi, dentista italiano, inventò i denti individuali in porcellana. Egli denominò i suoi denti "terra-metallici" per distinguerli da quelli "minerali" dei suoi predecessori. Questi nuovi denti, disponibili in 28 tinte, ottenute a partire da diversi ossidi metallici, recavano un solco nella parte posteriore nel quale egli introduceva un crampone di platino necessario ad unire i denti tra loro e ad ancorarli alla base protesica [2].

La prima porcellana feldspatica viene introdotta da Charles Land nel 1886. Land descrive una tecnica per fabbricare una corona in ceramica usando un foglio di platino come sottostruttura: *porcelain jacket crown* (PJC). Questo tipo di restauro, nonostante la sua bassa resistenza alla flessione, viene utilizzato fino al 1950 grazie alla sua eccellente estetica [3]. Per ridurre i rischi dei microcrack che si sviluppavano nella procedura di fabbricazione delle PJC, nel 1950 Weinstein introduce le *porcelain fused to metal* (PFM), in cui la sottostruttura metallica garantisce una maggior resistenza al restauro. In questi restauri però diminuisce notevolmente l'estetica, in quanto, per mascherare la presenza del metallo, si rende necessaria l'interposizione di uno strato di opaco [4].

Significativi passi avanti vengono fatti nel 1965 con McLean e Hughes, che sviluppano una porcellana ad alto contenuto di allumina (più del 50%). Anche se in questo modo si otteneva un aumento di resistenza rispetto alle PJC, tali restauri non potevano essere utilizzati nel settore posteriore perché la resistenza non era ancora sufficiente [3].

Dagli anni Settanta ad oggi sia i materiali ceramici che i processi di fabbricazione sono in continua evoluzione nel tentativo di ottenere materiali con elevata resistenza e tenacità, ottima estetica e buone performance a lungo termine *in vivo*. Sono state sviluppate ceramiche ad alta resistenza come il disilicato di litio, l'allumina e la zirconia. Parallelamente, si assiste ad una progressiva transizione verso le tecnologie CAD-CAM: la progettazione e la realizzazione dei manufatti è totalmente informatizzata e avviene tramite software CAD e macchine a controllo numerico CAM. Persino la classica tecnica di impronta delle arcate dentarie può essere sostituita da una "impronta digitale" che si avvale di uno scanner endorale per acquisire i dati morfologici e di appositi software per comporre le immagini 3D sulle quale costruire virtualmente i manufatti.

1.3 Classificazione

I restauri in ceramica possono essere suddivisi in due grandi categorie: metallo-ceramiche, dove su una sottostruttura metallica è stratificata della ceramica da rivestimento, e ceramiche integrali. I materiali ceramici utilizzati per questi restauri possono essere classificati in base alla loro microstruttura o in base alle tecniche di fabbricazione [5].

1.3.1 In base alla microstruttura

A livello microstrutturale, le ceramiche possono essere suddivise in 4 categorie principali in base al rapporto tra fase vetrosa e cristallina [6]:

- 1 Ceramiche vetrose (prevalentemente silice);
- 2 Ceramiche vetrose con disperse particelle cristalline;
- 3 Ceramiche prevalentemente cristalline con dispersa una fase vetrosa;
- 4 Ceramiche policristalline (allumina e zirconia).

1.3.1.1 Ceramiche vetrose

La composizione chimica di queste ceramiche è basata su una matrice di silice e feldspato di potassio ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) o di sodio ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) in cui sono disperse delle particelle cristalline generalmente di allumina. Queste ceramiche quasi totalmente vetrose vengono spesso definite porcellane. Sono utilizzate soprattutto nelle ceramiche da rivestimento per effettuare la glasatura o come *liners* vetrose tra sottostruttura di zirconia o allumina e ceramica da rivestimento per aumentare l'adesione all'interfaccia. Le proprietà meccaniche di queste ceramiche sono scarse: la resistenza alla flessione arriva solo a 60-70 MPa.

1.3.1.2 Ceramiche vetrose con disperse particelle cristalline

Nell'ambito di questi materiali esiste una grande variabilità dei rapporti tra fase vetrosa e fase cristallina. La natura delle particelle di riempitivo e la proporzione con la fase vetrosa danno origine a diverse tipologie di ceramiche, in quanto la fase cristallina, più tenace e resistente di quella vetrosa, aumenta la resistenza meccanica ostacolando la propagazione delle fratture.

All'interno di questo gruppo di ceramiche possiamo distinguere:

- Ceramiche a basso contenuto di leucite (cosiddette feldspatiche)

Queste ceramiche sono solitamente utilizzate come materiali di rivestimento delle sottostrutture metalliche nei restauri in metallo-ceramica. Le vetroceramiche a base di feldspato hanno un basso coefficiente di espansione termica (intorno agli $8.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$). L'aggiunta di leucite ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$) al feldspato permette di avere un coefficiente di espansione termica compatibile con la sottostruttura metallica [7]. Le ceramiche da rivestimento hanno generalmente una componente di leucite che varia dal 15 al 25%; sono progettate in base al tipo di metallo che è utilizzato per la sottostruttura (oro-platino, oro-palladio, argento-palladio) in modo che i coefficienti di espansione termica siano compatibili. Tali coefficienti rimangono volutamente inferiori a quelli del metallo in quanto quest'ultimo, restringendosi maggiormente durante il raffreddamento, pone in compressione gli strati esterni della ceramica aumentandone così la resistenza alla tensione [8]. Sono impiegate come sistema manuale polvere/liquido e applicate per piccoli incrementi mediante veicolo acquoso. Sono generalmente sinterizzate sotto vuoto per ridurre la porosità del prodotto finale [9, 10]. Le proprietà meccaniche delle ceramiche feldspatiche, sebbene maggiori delle porcellane, sono comunque basse a causa della grande quantità di fase vetrosa [11].

- Ceramiche ad alto contenuto di riempitivi (leucite, allumina o fluorapatite)

La microstruttura di questi materiali consiste in una matrice vetrosa circondata da una seconda fase cristallina (la percentuale supera il 40%) grazie alla quale si ha un aumento della resistenza meccanica.

In questo gruppo rientra il sistema Empress® (Ivoclar Vivadent): ceramica da iniezione ad alta temperatura a base di leucite. Prima dell'avvento del disilicato di litio, queste ceramiche erano ampiamente utilizzate per realizzare faccette adesive sui denti frontali.

Alcuni sistemi ceramici appartenenti a questa categoria (IPS e.max® Ceram, Ivoclar Vivadent) contengono come fase cristallina la nanofluorapatite e sono ampiamente usati come rivestimento sulle ceramiche integrali vetrose o policristalline.

- Disilicato di litio

Le vetroceramiche contenenti disilicato di litio hanno una percentuale di fase cristallina ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) intorno al 70% arrivando ad una resistenza in flessione di 350-

450 MPa [12]. Durante il processo di ceramizzazione, i composti di litio (Li_2O) combinandosi con gli altri componenti presenti nella fase vetrosa (SiO_2) danno origine a cristalli di disilicato di forma lamellare; questi, strettamente interconnessi, creano una densa struttura di rinforzo circondata dalla matrice vetrosa in grado di assorbire l'energia di frattura innalzando la resistenza e la tenacità del materiale. Tali ceramiche sono utilizzate come ceramiche strutturali nelle ceramiche integrali (figura 1) e sono considerate le più traslucenti [13].



Fig.1. Corona in disilicato di litio.

1.3.1.3 Ceramiche prevalentemente cristalline con dispersa una fase vetrosa

Questa famiglia di ceramiche, note come vetro-infiltrate, sono state introdotte nel 1988 con il nome di In-Ceram® (Vident): se ne distinguono tre tipi a seconda della fase cristallina predominante. Sono create a partire da una matrice ceramica porosa che viene infiltrata da vetro di lantanio che va a riempire le porosità creando un materiale denso e resistente [6].

- In-Ceram® Alumina

La sua composizione è caratterizzata da una struttura di allumina (Al_2O_3) parzialmente sinterizzata e densamente infiltrata da vetro di lantanio disponibile in varie tinte. Ha elevata resistenza alla flessione (450 MPa) e può essere utilizzata sia nei settori anteriori che posteriori.

- In-Ceram® Spinell

L'allumina è qui sostituita dallo spinello (MgAl_2O_4) che garantisce una maggior traslucenza al materiale. Ha resistenza alla flessione inferiore alla precedente ceramica (350 MPa), per cui è utilizzata solamente nei settori anteriori.

- In-Ceram® Zirconia

E' composta da allumina e zirconia stabilizzata con ceria ($12\text{Ce-TZP-Al}_2\text{O}_3$). La fase vetrosa rappresenta circa il 20% dell'intero materiale. Ha elevate proprietà meccaniche (resistenza alla flessione di 600 MPa), ma bassa traslucenza per la presenza della zirconia. Viene utilizzata per ponti di tre elementi nel settore posteriore.

1.3.1.4 Ceramiche policristalline

Sono formate dalla sinterizzazione di polveri cristalline senza l'interposizione di matrice fino a formare un materiale denso, privo di fase vetrosa. Le polveri raggiungono inizialmente solo il 70% della loro densità, poi durante il processo di sinterizzazione finale subiscono una contrazione del 30% in volume che le trasforma in ceramiche densamente sinterizzate quasi prive di vuoti.

Sono materiali destinati alla realizzazione di sottostrutture singole o multiple sia sui denti anteriori che posteriori mediante tecnologie CAD-CAM. Attualmente si distinguono:

- Allumina densamente sinterizzata:

Il primo sistema a base di allumina (Al_2O_3) è stato il Procera® (Nobel Biocare) con una resistenza alla flessione di 600 MPa. La polvere di allumina viene sinterizzata a 1500°C ; durante questo processo subisce una contrazione di circa il 20%. Il sistema permette di realizzare corone totali e resturi parziali altamente precisi e resistenti.

- Zirconia parzialmente stabilizzata con ittria

La zirconia è una sostanza cristallina polimorfa, ovvero esiste in tre forme cristallografiche: monoclina, tetragonale e cubica. A temperatura ambiente ha una forma monoclina, che diventa tetragonale a 1170°C ; cubica a 2370°C ; e a 2680°C fonde [14]. La trasformazione da tetragonale a monoclina che avviene intorno ai 1170°C , è accompagnata da un aumento di volume del 3-5%: tale espansione causa notevoli stress all'interno del materiale fino a portarlo alla frattura

catastrofica. La struttura del materiale può essere bloccata in fase tetragonale mediante l'aggiunta di ossidi stabilizzatori come l'ossido di ittrio (Y_2O_3 3%mol), donde l'acronimo Y-TZP (Yttrium Tetragonal Zirconia Polycrystals). La zirconia così modificata ha un'elevata resistenza alla flessione (800 - 1000 MPa) e un'elevata tenacità (4.4 - 9.6 MPa).

Se si verifica una sollecitazione che eccede la resistenza strutturale del materiale, la zirconia può passare dalla forma tetragonale a quella monoclina: tale fenomeno è chiamato *transformation toughening*, ossia tenacizzazione da trasformazione di fase. In presenza di una linea di frattura ad esempio, i grani adiacenti alla cricca assumono una forma monoclina con un incremento volumetrico pari a circa il 4%: tale espansione crea all'interno del materiale degli stress compressivi che innalzano l'energia necessaria alla propagazione della frattura. [15].

Le ceramiche a base di zirconia sono raccomandate per la fabbricazione dei *framework* di ponti nel settore latero-posteriore, in quanto hanno mostrato la più alta resistenza meccanica sotto carico tra i materiali ceramici in commercio.

Normalmente i restauri in zirconia, essendo poco traslucenti [13], vengono ricoperti con ceramiche feldspatiche dedicate (figura 2), anche se attualmente sono disponibili in commercio anche zirconie più traslucenti come Lava™ Plus HT Zirconia (3M Espe), utilizzabili anche nei settori anteriori.



Fig. 2. Ponte su intarsi in zirconia e ceramica feldspatica.

1.3.2 In base alle tecniche di fabbricazione

Si possono distinguere tre metodi per la produzione dei materiali ceramici in odontoiatria:

- 1) Polvere/liquido
- 2) Pressatura
- 3) Sistemi CAD-CAM

1.3.2.1 Polvere/liquido

- Tecnica convenzionale

Tipicamente utilizzata per le ceramiche feldspatiche da rivestimento, questa tecnica manuale prevede l'utilizzo di polveri che vengono miscelate con veicolo acquoso e stratificate a mano dall'odontotecnico che le modella fino a creare la corretta anatomia dentale. Una volta fatto evaporare il liquido, vengono fatte sinterizzare sottovuoto in forno seguendo specifici programmi di cottura. Le proprietà finali di queste ceramiche dipendono dall'abilità dell'odontotecnico di non creare bolle durante la stratificazione e dall'accuratezza del ciclo di cottura.

- Slip casting

Questa modalità di fabbricazione è tipicamente utilizzata per le ceramiche In-Ceram® (Vident). Per *slip* si intende una dispersione omogenea di polvere di ceramica in acqua. Il pH dell'acqua è spesso aggiustato per creare una carica nelle particelle ceramiche e la polvere di ceramica è rivestita con un polimero per fare in modo che le particelle siano sospese nell'acqua in modo regolare. Questa dispersione viene pennellata su un modello in gesso che assorbe l'acqua trasformando la dispersione in una pasta omogenea. A questo punto si procede con una prima lieve sinterizzazione dell'allumina per creare un *network* poroso su cui viene stratificata polvere di vetro di lantanio che, durante la seconda sinterizzazione, scorre all'interno dei pori infiltrando l'allumina. In ultimo si stratifica la ceramica di rivestimento per la cottura finale [6, 16].

1.3.2.2 Pressatura

Questo sistema è mutuato dalla tradizionale tecnica di fusione a cera persa che veniva utilizzata per le fusioni metalliche. La vetroceramica presinterizzata in forma di

cilindro viene pressata a caldo sotto vuoto all'interno di uno stampo contenente un analogo in cera del restauro rivestito con un materiale a legante fosfatico. Il modello in cera si scioglie, la ceramica cola all'interno della forma lasciata dalla cera, si indurisce e si raffredda. Quando il restauro è solidificato, lo stampo refrattario viene rotto ed estratto il restauro ceramico che verrà poi pulito e glasato secondo le indicazioni della casa produttrice.

1.3.2.3 Sistemi CAD/CAM

La tecnologia CAD/CAM, *Computer Aided Design, Computer Aided Machining*, prevede una fase di acquisizione dei dati in cui la forma del modello viene trasformata, attraverso uno scanner dedicato, in linguaggio informatico (attualmente questa fase può essere fatta anche mediante l'utilizzo di uno scanner endorale che fornisce una impronta già in formato digitale); una fase di progettazione del pezzo fatta a computer grazie a software dedicati (CAD); e una fase di costruzione mediante macchine di fresaggio o di prototipizzazione (CAM) [17].

Questa tecnologia consente sia il fresaggio di blocchi di ceramica totalmente presinterizzata (*hard machining*), sia di blocchi parzialmente sinterizzati (*soft machining*) che vengono completamente sinterizzati dopo il fresaggio [5]. Nel caso del *soft machining* il pezzo fresato avrà durante la sinterizzazione finale una contrazione lineare di circa il 20-25% che va attentamente calcolata nella fase CAM [14].

FABBRICAZIONE	MICROSTRUTTURA	BRAND	CASA PRODUTTRICE
Polvere/liquido	Leucite	Ceramco 3 [®]	Dentsply
Polvere/liquido	Nanofluoroapatite	IPS e.max [®] Ceram	Ivoclar
Slip cast	Allumina	In-Ceram [®] Allumina	Vident
Slip cast	Spinello	In-Ceram [®] Spinell	Vident
Slip cast	12 CE-TZP	In-Ceram [®] Zirconia	Vident
Pressatura	Leucite	IPS Empress [®]	Ivoclar
Pressatura	Disilicato di litio	IPS e.max [®] Press	Ivoclar
CAD/CAM	Allumina	Procera [®]	Nobel Biocare
CAD/CAM	3Y-TZP	IPS e.max [®] ZirCAD	Ivoclar
CAD/CAM	Leucite	IPS Empress [®] CAD	Ivoclar
CAD/CAM	Disilicato di litio	IPS e.max [®] CAD	Ivoclar

Tab. 1. Esempi di alcuni sistemi ceramici presenti in commercio.

1.4 Proprietà meccaniche

La resistenza meccanica di un materiale dentale è la sua capacità di resistere ai carichi masticatori senza fratturarsi o deformarsi in maniera permanente.

Si definisce *stress* (sforzo) la forza per unità di area applicata ad un oggetto su un determinato piano; *strain* (deformazione) il cambiamento in lunghezza dell'oggetto sottoposto al carico. Si parla di deformazione elastica quando è reversibile, di deformazione plastica quando irreversibile.

I materiali ceramici, pur essendo molto resistenti, sono fragili con un elevato modulo elastico: hanno solo un comportamento elastico, non subiscono deformazione plastica e quando il carico applicato supera il limite elastico arrivano a rottura [16]. Questo comportamento è dovuto ai legami chimici esistenti tra gli elementi che li costituiscono: tali legami, ionici e covalenti, non consentono ai piani cristallini di scorrere gli uni rispetto agli altri e dunque non permettono al materiale di deformarsi plasticamente.

Nei materiali fragili, quando sono presenti difetti o se ci sono zone in cui si ha una elevata concentrazione dello *stress*, come per esempio nel caso di monconi con angoli interni taglienti, la sollecitazione si concentra in corrispondenza dell'incrinatura che si apre come una cerniera lampo e la resistenza clinica del materiale può risultare significativamente più bassa di quella nominale (figura 3). Questo effetto di concentrazione è inversamente proporzionale al raggio della punta della cricca: più tagliente è la cricca, più è alto lo sforzo. Risulta per questo fondamentale anche che la ceramica sia lucida e glasata, perché un qualunque difetto superficiale può, per i motivi sopra menzionati, aumentare la probabilità di fratture o *chipping* [16, 18].

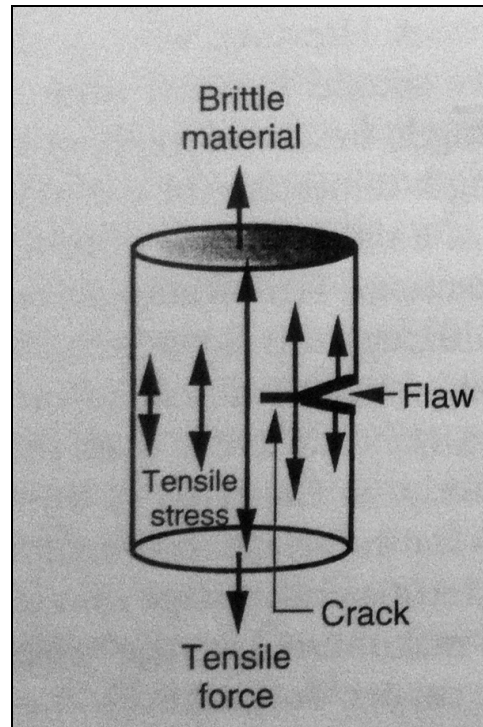


Fig. 3. Influenza di una sollecitazione di trazione in un materiale fragile con difetti superficiali [16].

In base al tipo di forza applicata, si distinguono tre tipi di sforzo a cui corrispondono tre tipi di deformazioni: trazione, che comporta un allungamento, compressione a cui segue un accorciamento e flessione o taglio che provoca uno scorrimento di strati molecolari adiacenti.

Si parlerà quindi di una resistenza alla compressione, una resistenza alla trazione e una resistenza alla flessione (capacità di un oggetto di piegarsi senza rompersi) [19].

Le ceramiche hanno una elevata resistenza in compressione, ma una scarsa resistenza alla trazione per la loro incapacità di deformarsi plasticamente. Durante le funzioni intraorali, le strutture in ceramica possono essere sottoposte a forze e carichi che possono deteriorarne le caratteristiche meccaniche. Intraoralmente, l'inclinazione dei piani cuspidali e delle radici dentarie rende quasi impossibile l'applicazione di forze parallele all'asse longitudinale degli elementi dentari. Se ne ricava che qualunque forza venga considerata durante la masticazione o le altre attività funzionali e parafunzionali è costituita da almeno una componente eccentrica che si traduce in una sollecitazione extrassiale a carico degli elementi dentari, siano essi naturali o protesizzati (figura 4). Carico extrassiale significa, nella quasi totalità dei casi, stress di trazione [16].

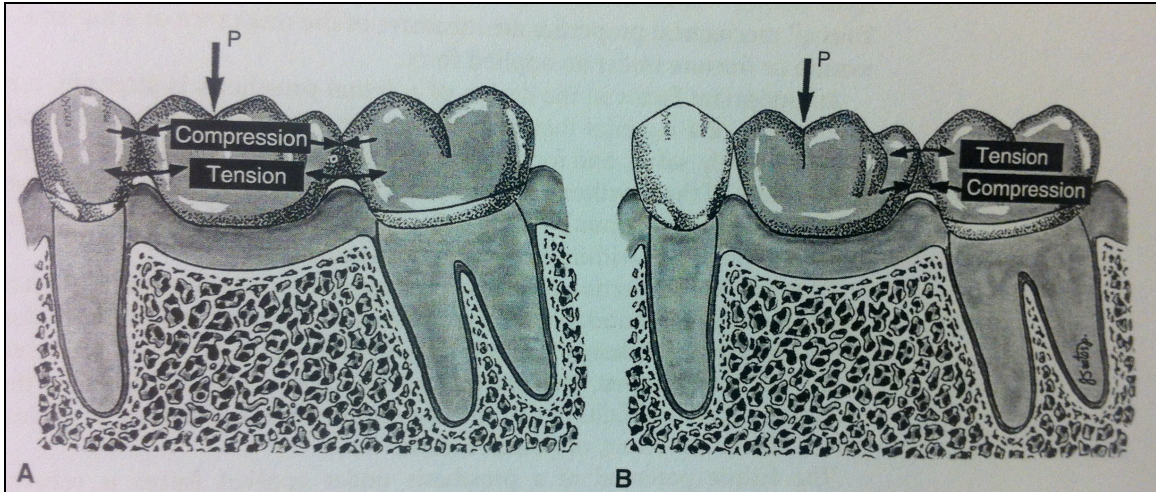


Fig. 4. A- Stress indotto in un ponte di tre elementi da una forza in flessione (P); B- Stress indotto in un ponte di due unità con cantilever. Notare come lo stress di trazione si sviluppi nella parte cervicale nel ponte di tre elementi, e nella parte occlusale [16].

Si definisce tenacità la capacità del materiale di resistere alla propagazione di un *crack*. Per cui, quando in una ceramica si genera un *crack*, la tenacità determina quanto sia facile per questo *crack* propagarsi fino alla frattura catastrofica. Clinicamente, i restauri non sono caricati fino alla frattura come avviene durante un test di flessione, ma subiscono milioni di carichi subcritici durante la masticazione. Si spaccano quando dopo cicli di fatica il *crack* si propaga. Quindi una proprietà ideale di un materiale è avere una elevata tenacità in quanto significa che esso necessita di assorbire più energia prima di rompersi [15].

La durezza è la misura della resistenza di un materiale a farsi penetrare da un altro materiale più duro. In odontoiatria restaurativa è importante conoscere la durezza di un materiale, perché essa delinea l'abrasività cui la dentatura naturale è sottoposta e viceversa [18].

	Resistenza biassiale alla flessione (MPa)	Tenacità (MPa m^{0.5})	Durezza Vickers (MPa)
IPS e.max[®] Press	360	2.25	5800
IPS e.max[®] CAD	400	2.75	5800
IPS e.max[®] ZirCAD	900	5.5	13000
IPS Empress[®] CAD	160	1.3	6200

Tab. 2. Proprietà meccaniche di alcuni sistemi ceramici.

1.4.1 Test di resistenza alla flessione

I test per stabilire la resistenza alla flessione dei moderni materiali ceramici si possono dividere in:

- 1) Uniassiali
 - Test di flessione a 3 punti
 - Test di flessione a 4 punti
- 2) Biassiali (ISO 6872)
 - *Ball-on-ring*
 - *Ring-on-ring*
 - *Piston-on-three-ball*

1.4.1.1 Test di flessione uniassiale

- Test di flessione a tre punti

La resistenza a flessione è determinata sottoponendo a carico, nella zona mediana, un provino di dimensioni standardizzate che poggia tra due sostegni. Il test è di semplice esecuzione, tuttavia la finitura superficiale del campione è molto importante e può influenzare i risultati. In accordo con la DIN EN 843-1, la velocità di carico deve essere di 0.5-1.0 mm/min così che la frattura si verifichi tra i 5 e i 15 secondi [20].

- Test di flessione a quattro punti

Poiché nel test di flessione a tre punti solo una piccola parte del provino è esposta al massimo *stress* di trazione, e poiché i difetti sono distribuiti in maniera casuale all'interno del materiale, è diminuita la probabilità di trovare un difetto ampio: i valori di resistenza possono quindi risultare più elevati di quanto non siano realmente [21].

Il test a quattro punti è stato progettato affinché il carico fosse distribuito su un'area più estesa del campione: la barra è posizionata su un *jig* con due sostegni ed è caricata da due punzoni. In questo test la distribuzione dello stress è più uniforme, ma la finitura superficiale del campione influisce comunque in maniera significativa [22].

1.4.1.2 Test di flessione biassiale

I test di flessione uniassiali sono stati pensati per materiali ingegneristici che vengono associati a campioni di grandi dimensioni; poiché le dimensioni dei campioni, la loro forma e il loro volume possono influenzare i risultati dei test, la flessione biassiale è stata aggiunta nel 1994 alla norma ISO 6872 dei materiali ceramici ad uso dentale [23].

- *Piston-on-three-ball test*

In questo test, dei dischi di ceramica di 12mm di diametro e 2mm di spessore, vengono collocati su tre sfere di acciaio di 3.2 ± 0.5 mm di diametro, posizionate su un supporto circolare di 12 mm di diametro in modo da formare un angolo di 120° l'una dall'altra. I campioni così posizionati vengono caricati al centro da un punzone piatto di diametro 1.2-1.6mm (figura 5). La velocità di carico deve essere compresa tra 0.5 e 1mm/min.



Fig. 5. Dispositivo per *piston on three ball* test (ISO 6872)

La resistenza biassiale è calcolata con la seguente espressione:

$$S = - 0.2387 P (X-Y)/d^2$$

dove:

S = modulo di rottura (MPa);

P = carico totale che ha causato la frattura (N);

$$X = (1 + \nu) \ln (r_2/r_3)^2 + [(1 - \nu)/2] (r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1 + \nu) [1 + \ln (r_1/r_3)^2] + (1 - \nu) (r_1/r_3)^2$$

in cui:

ν = modulo di Poisson;

r_1 = raggio del cerchio di supporto (mm);

r_2 = raggio dell'area caricata (mm);

r_3 = raggio del campione (mm);

d = spessore del campione (mm).

Il test elimina l'effetto cuneo nella frattura, poiché il campione non è caricato direttamente e il massimo *stress* di trazione avviene nell'area centrale [24].

1.5 Caratteristiche estetiche

Le caratteristiche estetiche sono di primaria importanza nella scelta di un materiale per sostituire struttura dentale mancante. In questo senso, le ceramiche sono ad oggi il miglior materiale per raggiungere un'adeguata estetica e allo stesso tempo una sufficiente resistenza alle sollecitazioni meccaniche presenti nel cavo orale. L'estetica delle ceramiche dentali è caratterizzata da:

1. Colore: ogni corpo assorbe tutte le lunghezze d'onda dello spettro visibile, ma riflette uno o più frequenze della luce bianca: il colore percepito dall'occhio umano dipende da come vengono elaborate le frequenze di questa luce riflessa.
2. Trasparenza: l'ammontare della luce riflessa e lo spettro riflesso dall'oggetto e percepito dall'occhio, dipendono dalla capacità della luce di attraversare l'oggetto stesso; tale capacità cambierà in base alle proprietà di assorbimento e di *scattering* del materiale e dallo sfondo su cui è posto. In generale, per i

materiali ceramici, si può dire che all'aumentare del contenuto cristallino, sebbene aumenti la resistenza del materiale, diminuisce la traslucenza e aumenta l'opacità. L'ammontare di luce assorbita, riflessa e trasmessa dipende poi anche dalla natura chimica e dalla grandezza delle particelle cristalline: ogni cristallo ha un suo indice di rifrazione, ad esempio la leucite è di per sé più tralucida dell'allumina; inoltre, più piccole sono le particelle cristalline disperse nella fase vetrosa, maggiore sarà l'opacità del materiale.

3. Tessitura superficiale: quando una superficie è levigata e riflettente la luce può essere riflessa come in uno specchio; quando invece la superficie è ruvida, la luce viene diffusa in tutte le direzioni facendo apparire tale superficie più opaca [25].

1.6 Biocompatibilità

Per biocompatibilità si intende la capacità di un materiale di funzionare in un tessuto organico senza procurare nessun effetto dannoso sulle funzioni vitali. E' una proprietà fondamentale per ogni biomateriale, sia esso inerte, bioattivo o riassorbibile. Per essere definito biocompatibile, un materiale deve prima superare test *in vitro* che ne escludano la citotossicità, test microbiologici che garantiscano che il materiale non inibisca o stimoli la crescita di microrganismi, e test di genotossicità/mutagenicità e carcinogenicità per escludere ogni possibile reazione sistemica.

In particolare per le ceramiche viene anche valutato il potenziale radioattivo: è necessario escludere la presenza di impurità come l'uranio e il torio all'interno delle polveri.

Le ceramiche utilizzate in odontoiatria restaurativa sono materiali biocompatibili inerti, non causano cioè nessuna reazione biologica, ad eccezione dell'usura dei denti e/o dei restauri antagonisti. Sono considerate le più biocompatibili tra i materiali dentari [25].

1.7 Bibiliografia

- [1] The Academy of Prosthodontics. The glossary of prosthodontic terms. J Prosthet Dent. 2005;94:10-92.
- [2] Bartieri A. Giuseppe Angelo Fonzi. Rassegna Trimestrale di Odontoiatria. Pavia1958. p. 134-79.
- [3] Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. J Prosthet Dent. 1996;75:18-32.
- [4] Asgar K. Casting metals in dentistry: past--present--future. Advances in dental research. 1988;2:33-43.
- [5] Denry I, Hollaway JA. Ceramics for Dental Application: a review. Materials. 2010;3:351-68.
- [6] Giordano R, McLaren EA. Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. Compend Contin Educ Dent. 2010;31:682-4, 6, 8 passim; quiz 98, 700.
- [7] Vergano PJ, Hill DC, Uhlmann DR. Thermal expansion of feldspar glasses. J Am Ceram Soc. 1967;50:59-60.
- [8] Mackert JR. Effect of thermally induced changes on porcelain-metal compatibility. In: Publishing Q, editor. Perspectives in Dental Ceramics, Proceedings of the Fourth Internaional Symposium on Ceramics Preston JD 1988. p. 53-64.
- [9] Meyer JM, O'Brien WJ, Yu CU. Sintering of dental porcelain enamels. J Dent Res. 1976;55:696-9.
- [10] Claus H. The structure and microstructure of dental porcelain in relationship to the firing conditions. Int J Prosthodont. 1989;2:376-84.

- [11] Seghi RR, Daher T, Caputo A. Relative flexural strength of dental restorative ceramics. *Dent Mater.* 1990;6:181-4.
- [12] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004;20:441-8.
- [13] Baldissara P, Llukacej A, Ciocca L, Valandro FL, Scotti R. Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems. *J Prosthet Dent.* 2010;104:6-12.
- [14] Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007;98:389-404.
- [15] Shenoy A, Shenoy N. Dental ceramics: An update. *J Conserv Dent.* 13:195-203.
- [16] Anusavice KJ. Phillips' Science of Dental Materials. 11 ed: Elsevier Health Sciences; 2003.
- [17] Heyblom JP. CAD-CAM la véritable révolution. *Tech Dent.* 2003;200:8-11.
- [18] Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent.* 2003;31:181-8.
- [19] Kane JW, Sternheim MM. *Fisica Biomedica*: Ed. Mediche Scientifiche Internazionali; 1980.
- [20] Fischer H, Dautzenberg G, Marx R. Nondestructive estimation of the strength of dental ceramic materials. *Dent Mater.* 2001;17:289-95.
- [21] Ritter JE. Predicting lifetimes of materials and material structures. *Dent Mater.* 1995;11:142-6.

[22] Sadighpour L, Geramipناه F, Raeesi B. In vitro mechanical tests for modern dental ceramics. J Dent of Theran Univerisity of Medical Sciences. 2006;3:143-52.

[23] ISO 6872. Dentistry-ceramic materials. International Organization for Standardization. 2006.

[24] Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. J Dent Res. 1990;69:1791-9.

[25] El-Meliegy E, van Noort R. Glasses and glass ceramics for medical applications. New York: Springer; 2012.

Capitolo 2

Disilicato di litio

2.1 Chimica del disilicato di litio

Il disilicato di litio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) è una vetroceramica che ha come componenti principali la silice e l'ossido di litio.

La silice è caratterizzata da una struttura tetragonale al cui centro vi è un atomo di silicio collegato simmetricamente ai quattro vertici da atomi di ossigeno: la formula chimica è quindi SiO_4 ed ha una carica negativa (figura 1). Ogni atomo di ossigeno del gruppo SiO_4 , per acquisire il miglior equilibrio chimico, si lega ancora con un altro atomo: il risultato è la formazione di legami covalenti con altri atomi di silicio così che ogni atomo di ossigeno fa da ponte fra due atomi di silicio e il silicio è sempre circondato da 4 ossigeni. Contando il numero di atomi dei due elementi in tale struttura, si constata che l'ossigeno è in numero doppio rispetto al silicio: questo composto ha dunque formula SiO_2 e viene detto biossido di silicio o silice. L'unione di più tetraedri che si dispongono nello spazio mettendo in comune i vertici, porta alla formazione di un reticolo cristallino ben ordinato in cui l'angolo di legame Si-O all'interno del tetraedro rimane sempre costante (silice cristallina, figura 2A) [1].

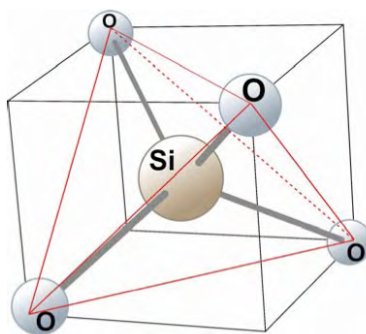


Fig.1. Rappresentazione schematica del tetraedro di silice [2].

Raffreddando velocemente la silice fusa, si forma una struttura casuale di tetraedri, uniti tra di loro agli angoli, che dà luogo ad un materiale amorfo, conosciuto come silice vetrosa (figura 2B). Nella silice vetrosa, l'angolo di legame tra i tetraedri può variare tra 140° e 180° .

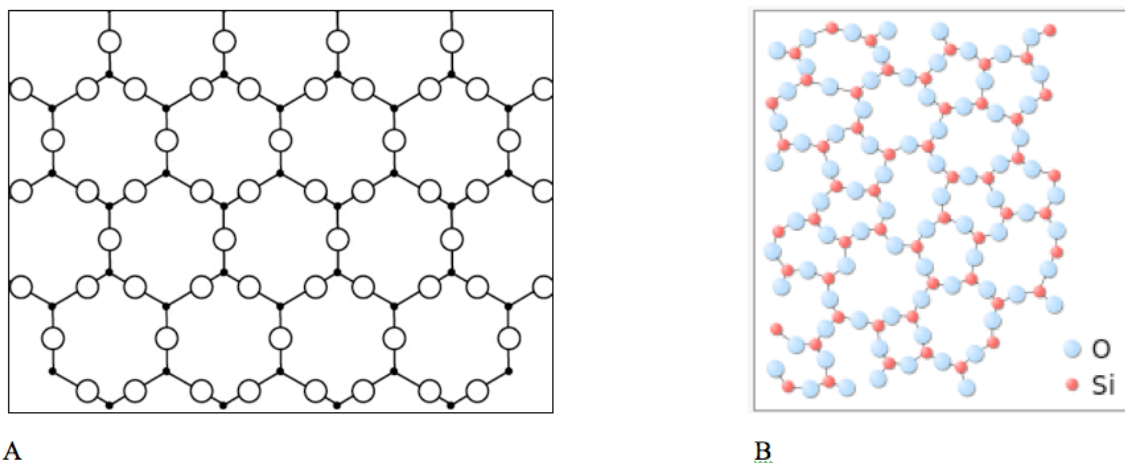


Fig. 2. **A-** Rappresentazione schematica della silice cristallina; **B-** Rappresentazione schematica della silice vetrosa.

Nel disilicato di litio la silice funziona da vetrificante, e l'ossido di litio come fondente. Scopo del fondente è quello di abbassare la temperatura di fusione del vetrificante: l'aggiunta di ossido di litio porta la temperatura di fusione della silice da 2000° C a 1100° C circa.

Poiché nel disilicato di litio la silice costituisce la maggior parte del materiale, la struttura del disilicato di litio vetroso è simile alla silice vetrosa, tuttavia, l'aggiunta dell'ossido di litio altera leggermente la struttura della silice. L'ossido di litio infiltra la struttura vicino ad un atomo di ossigeno. L'aggiunta dell'ossido rompe uno dei legami Si-O e l'ossido di litio si rompe in due ioni LiO^- e Li^+ . Lo ione Li^+ si legherà con l'atomo di ossigeno esistente (ora con un solo legame Si-O), e lo ione LiO^- si legherà con l'altro atomo di silicio (che ora manca di un ossigeno). La struttura che ne risulterà è composta da due atomi di ossigeno dove ce ne era solo uno con due atomi di litio legati nelle vicinanze.

Nel processo di formazione di una vetroceramica a base di disilicato di litio, si assiste al passaggio dalla forma vetrosa del disilicato ad una forma cristallina ben organizzata in una complessa struttura ortorombica rappresentata schematicamente nella figura 3 [1].

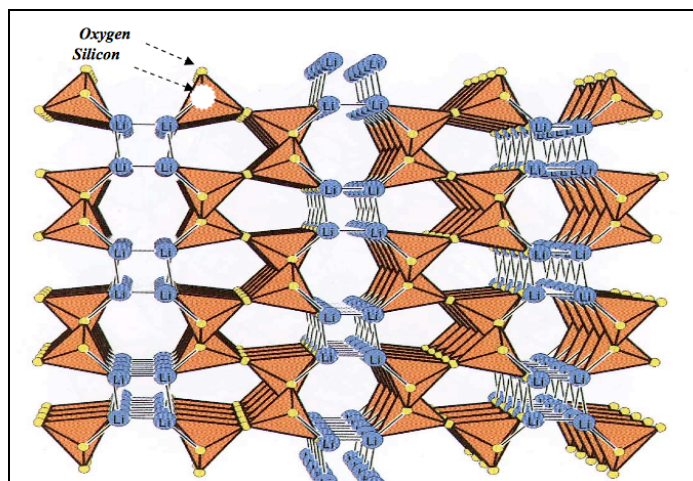


Fig. 3. Rappresentazione schematica della struttura cristallina del disilicato di litio [3].

Il sistema $\text{Li}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ è stato il primo materiale classificato come vetroceramica da Donald Stookey nel 1959; da allora sono stati effettuati diversi studi relativi a questo materiale, per migliorarne le caratteristiche. La composizione chimica attuale del disilicato contiene diversi ossidi che ne garantiscono le proprietà desiderate di stabilità chimica, resistenza meccanica e traslucenza [4].

Alla composizione stechiometrica del del disilicato ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) che è formata da 33.33 mol% di Li_2O e 66.67% mol di SiO_2 , sono aggiunti diversi ossidi.

Ad esempio, è aggiunta anidride fosforica (P_2O_5) come agente nucleante, in grado cioè di aumentare la densità dei siti di nucleazione: P_2O_5 si combina con gli ioni Li^+ per formare Li_3PO_4 che agisce come nucleo di cristallizzazione del disilicato. L'anidride fosforica “indirizza” quindi gli atomi della matrice vetrosa verso una crescita ordinata che porta alla formazione di una fase cristallina in cui i cristalli aghiformi sono interconnessi tra loro così da garantire migliori proprietà meccaniche [5, 6].

L'allumina (Al_2O_3) è aggiunta per diminuire la solubilità chimica del disilicato, proprietà fondamentale se si considera l'applicazione del materiale nel cavo orale [4, 7]. Ossido di potassio (K_2O) viene aggiunto per ridurre la viscosità del materiale e le temperature di processing. Altri ossidi metallici di Sr, Y, Nb, Cs, Ba, Ta, Ce, sono aggiunti per garantire una adeguata colorazione e traslucenza del materiale [7].

COMPOSIZIONE	% IN PESO
SiO ₂	57.0 – 80.0
Li ₂ O	11.0 – 19.0
K ₂ O	0.0 – 13.0
P ₂ O ₅	0.0 – 11.0
Altri ossidi	0.0 – 10.0
Ossidi coloranti	0.0 – 8.0

Tab. 1. Composizione standard dei grezzi di disilicato Ivoclar.

2.2 Processo di formazione delle vetro-ceramiche e del disilicato di litio

Le vetroceramiche sono solidi cristallini ottenuti sottoponendo dei vetri idonei ad un trattamento termico ben regolato che porta alla nucleazione ed alla crescita di una fase cristallina all'interno del vetro (cristallizzazione) [8].

Il processo prevede tre fasi principali:

1. Preparazione di una miscela di materie prime minerali, ossidi ed agenti nucleanti (*batch* o bagno di fusione);
2. fusione della miscela e suo raffreddamento fino alla temperatura di formazione del vetro;
3. riscaldamento del vetro al di sopra della temperatura di transizione vetrosa fino al raggiungimento della cristallizzazione [7].

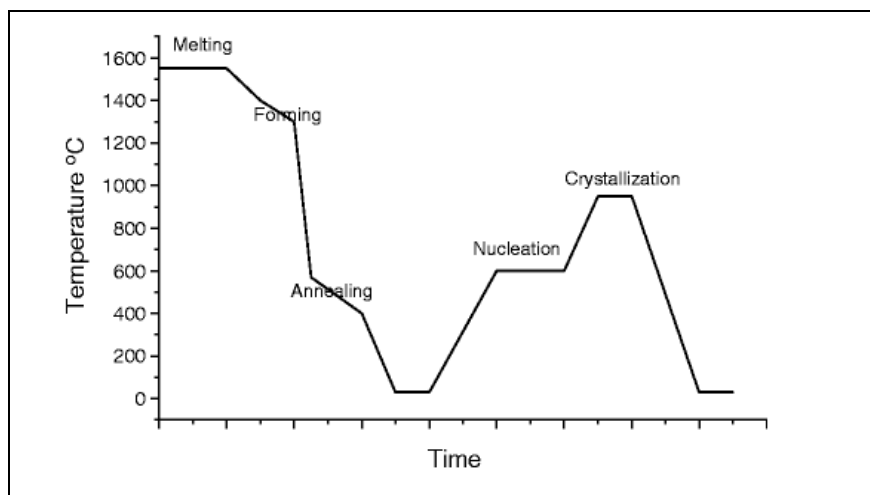


Fig. 4. Schematizzazione del processo di cristallizzazione di un vetro [7].

Come si può vedere schematizzato nella figura 4, la formazione di una vetro-ceramica comincia con la formazione del vetro. Le materie prime (Li_2O - SiO_2 e altri ossidi per il disilicato di litio) sono miscelate e trattate termicamente fino ad arrivare alla fusione; nel caso del disilicato la temperatura di fusione è intorno ai 1100-1400°C. La miscela ottenuta viene colata all'interno di uno stampo della forma desiderata e, a quel punto, il vetro viene portato alla temperatura cosiddetta di *annealing*, ovvero quella temperatura alla quale gli stress interni creatisi nella formazione del vetro vengono ridotti (per il disilicato questa temperatura corrisponde circa a 400°C). A questo punto, il vetro viene portato a temperatura ambiente e poi riscaldato alla temperatura che consente la spontanea nucleazione dei cristalli; il processo termico continua poi aumentando la temperatura fino alla completa crescita dei cristalli (cristallizzazione) [1]. Il concetto di cristallizzazione controllata designa la separazione della fase cristallina dalla fase vetrosa nella forma di piccoli cristalli dove il numero dei cristalli, la loro crescita e la dimensione finale è controllata dal tipo di trattamento termico [9]. Per il disilicato di litio, a seconda della composizione della miscela iniziale, la nucleazione avviene circa a 450-700° C per un tempo che va da 30 minuti a 4 ore; la crescita dei cristalli avviene tra i 700 e i 1000°C in un *range* che varia da pochi minuti fino a diverse ore [7].

I cilindri grezzi di disilicato prodotti per la tecnologia di termopressatura (IPS e.max[®] Press) alla fine del processo di cristallizzazione presentano un 70% di cristalli di disilicato aghiformi della dimensione di 3-6 μm ben interconnessi tra loro. I blocchetti di metasilicato disponibili per la tecnologia CAD/CAM (IPS e.max[®] CAD) hanno invece una percentuale di cristalli di metasilicato del 40% la cui dimensione si aggira intorno ai 0.5 μm : solo dopo la cristallizzazione finale sarà presente il 70% di cristalli di disilicato della dimensione di 1.5 μm (figura 5).

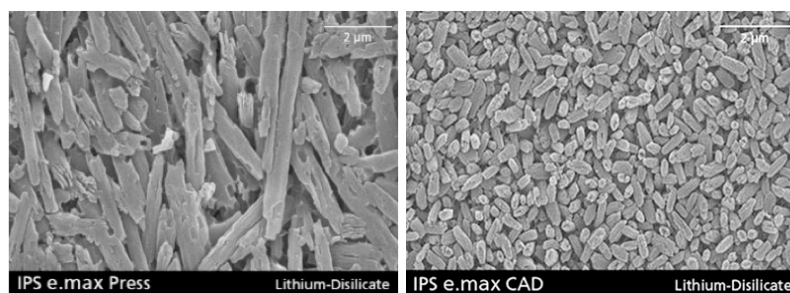


Fig. 5. Immagini al SEM che evidenziano la struttura aghiforme dei cristalli di disilicato e quella più arrotondata del metasilicato di litio [10, 11].

2.3 Tecniche di produzione

Il disilicato di litio per uso odontoiatrico attualmente in commercio è prodotto dalla Ivoclar – Vivadent ed è commercializzato con il nome di IPS e.max[®].

Può essere prodotto secondo due tecnologie: termopressatura (IPS e.max[®] Press) e CAD-CAM (IPS e.max[®] CAD).

- IPS e.max[®] Press

Le polveri di partenza vengono portate a fusione, lasciate raffreddare per poter dar loro la forma di cilindri, dopodiché vengono portate a temperatura fino al raggiungimento della cristallizzazione (figura 6). I cilindri grezzi così ottenuti possono essere utilizzati dall'odontotecnico per la pressatura a caldo sottovuoto.

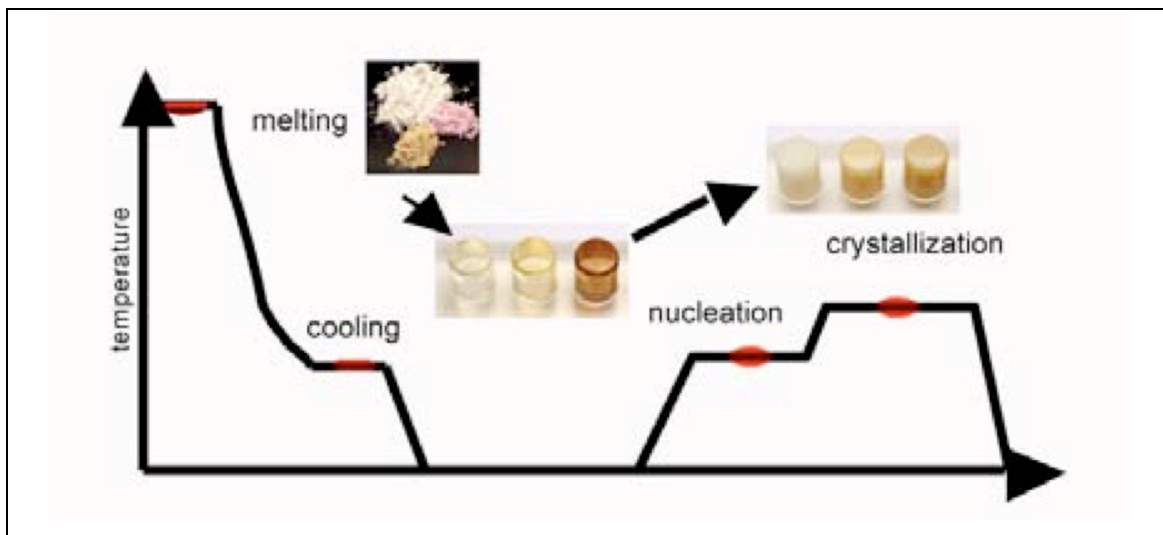


Fig. 6. Schema del processo di cristallizzazione dell'IPS e.max[®] Press [12].

- IPS e.max[®] CAD

Poiché il disilicato di litio risulta troppo difficile da lavorare per le normali apparecchiature, è stato sviluppato un materiale che potesse essere lavorabile in modo rapido, facile e preciso: il metasilicato di litio.

Attraverso una mirata doppia fase di nucleazione, vengono isolati prima i cristalli di metasilicato di litio e i cristalli di disilicato rimangono latenti nella matrice di vetro; la vetroceramica che ne risulta, di colore blu, è lavorabile in maniera eccellente: una volta fresato il restauro della forma desiderata, si procede alla seconda fase di cristallizzazione, condotta a temperatura più elevata, dove crescono invece esclusivamente i cristalli di disilicato (figura 7, 8). In

questo processo vengono sciolti i cristalli di metasilicato e la vetroceramica diventa del colore desiderato [13].

La conversione da metasilicato di litio a disilicato è associata ad una piccola contrazione lineare di soli 0.2-0.3%, riduzione quasi trascurabile se paragonata alla contrazione del 30% che avviene normalmente nel processo di sinterizzazione delle ceramiche [7].

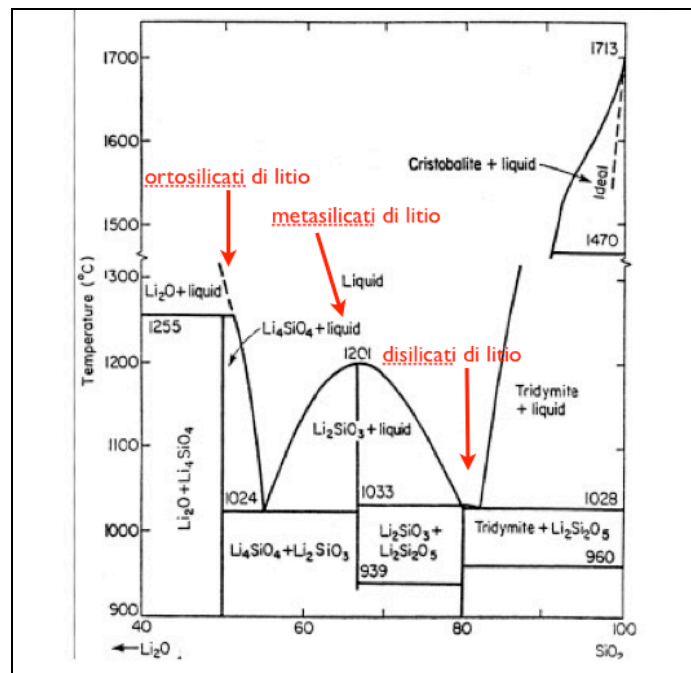


Fig. 7. Diagramma di fase del sistema $\text{Li}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ [13].

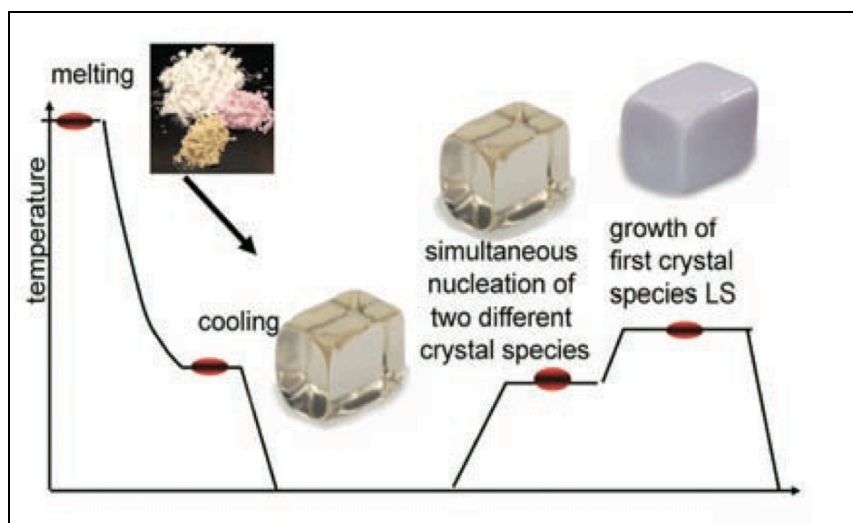


Fig. 8. Schema del processo di cristallizzazione di IPS e.max[®] CAD [12].

2.4 Tecniche di lavorazione

Va premesso che entrambe le tipologie di disilicato possono essere utilizzate sia per restauri monolitici, ovvero restauri totalmente in disilicato che vengono solamente pitturati e glasati in superficie per ottenere una colorazione adeguata, sia per restauri ceramici integrali convenzionali, in cui il disilicato è stratificato con una ceramica feldspatica di rivestimento.

- IPS e.max® Press

I cilindri grezzi sono disponibili in due grandezze e in quattro gradazioni di traslucenza (figura 9): *high translucency* (HT), *low translucency* (LO), *medium opacity* (MO) e *high opacity* (HO). Per ogni gradazione di traslucenza esistono poi i diversi colori.



Fig. 9. Grezzi IPS e.max® Press.

Una volta scelto il grezzo del colore adeguato, la lavorazione del disilicato per ottenere il manufatto protesico si articola in diverse fasi.

- 1) Preparazione del modello: il modello in gesso viene preparato seguendo la tecnica dei monconi sfilabili.
- 2) Modellazione in cera del restauro:
 - per la tecnica di pittura: il restauro è modellato in maniera totalmente anatomica, in modo tale che dopo la pressatura sia necessaria solo la glasatura ed eventualmente la caratterizzazione (restauro monolitico);

- per la tecnica *cut-back*: il restauro viene modellato prima in maniera totalmente anatomica e poi viene eseguito il cut-back sulla cera (viene eliminata la porzione di cera che dovrà essere sostituita dalla ceramica di rivestimento);
- per la tecnica di stratificazione: viene modellata in cera solo la sottostruttura a seconda dello spazio a disposizione; la conformazione deve sempre essere a supporto della forma e delle cuspidi per ottenere uno spessore uniforme della ceramica da rivestimento estetico.

3) Imperniatura: il perno di fusione viene fissato da una parte alla modellazione in cera e dall'altra alla base del cilindro avendo cura che il perno sia attaccato alla cera nel punto più spesso della modellazione (vedi figura 10).

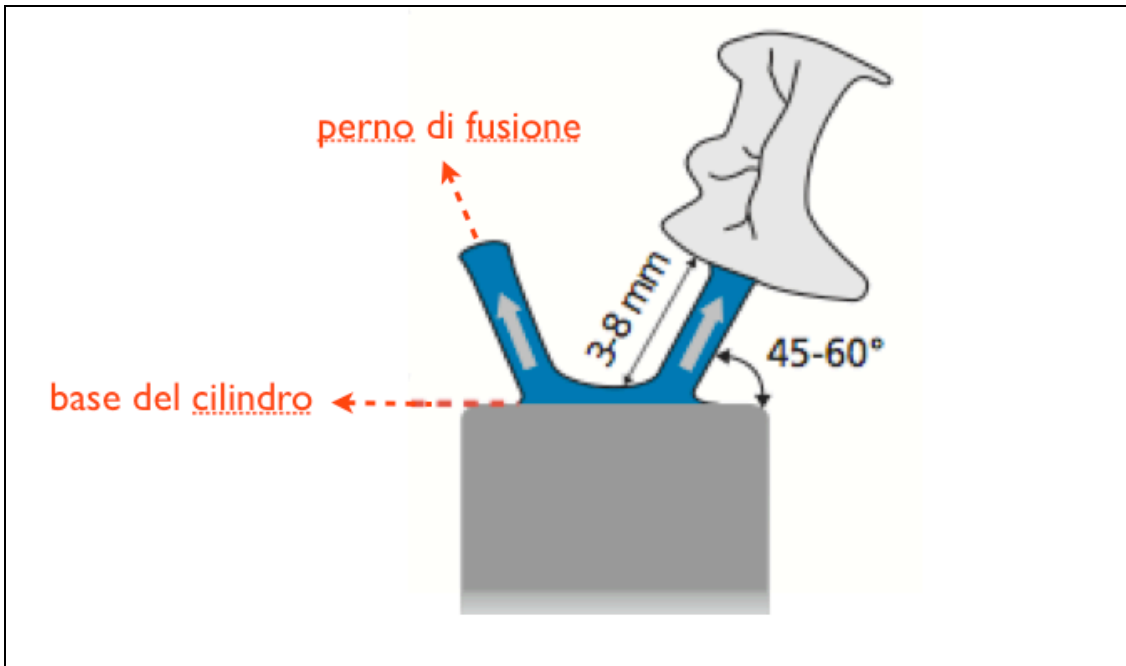


Fig. 10. Schema dell' impennatura del restauro.

4) messa in rivestimento: viene applicato un anello in silicone sulla base del cilindro e la modellazione in cera viene completamente ricoperta da un rivestimento a legante fosfatico (IPS PressVEST polvere: fosfati di magnesio e ammonio e particelle di silice: SiO_2 , MgO e $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$; IPS PressVEST liquido: sospensione acquosa di silice colloidale).

5) preriscaldamento: una volta indurito il materiale da rivestimento e rimosso l'anello in silicone dal cilindro, il cilindro viene messo in forno a 850°C.

6) pressatura: il cilindro viene estratto dal forno di preriscaldamento; il grezzo prescelto viene inserito all'interno del cilindro poi viene inserito il pistone di allumina. Il cilindro caldo, completo di grezzo e pistone viene poi inserito all'interno del forno che viene attivato con il programma adeguato al tipo di grezzo. La completa cristallizzazione del disilicato avviene a 920°C (figura 11).



Fig. 11. Il grezzo viene inserito all'interno del cilindro, viene posizionato il pistone e il complesso cilindro-grezzo-pistone inserito nel forno [10].

7) smuffatura: il cilindro viene separato dal pistone di allumina, poi viene rotto in modo da poter smuffare gli oggetti di pressatura utilizzando prima sabbia da lucidatura a 4 bar di pressione finché sono visibili gli oggetti, poi con perle di lucidatura a 2 bar di pressione per la smuffatura fine.

8) rimozione dello strato di reazione: il restauro smuffato ancora attaccato ai perni di fusione viene deterso con IPS e.max[®] Press Invex Liquid (acido fluoridrico e acido solforico in acqua) in ultrasuoni per 10 minuti; poi viene accuratamente pulito con particelle di Al₂O₃ di 100 µm a 2 bar di pressione.

9) rifinitura: vengono separati i perni di fusione utilizzando un disco diamantato fine bagnato e viene rifinita la zona di connessione; il restauro viene poi sabbiato a 1 bar di pressione e vaporizzato.

10) caratterizzazione: per l'individualizzazione del restauro dal punto di vista cromatico, a seconda della modalità di realizzazione prescelta si può procedere o con l'applicazione di supercolori seguita da una cottura di glasatura (tecnica di pittura), o con la stratificazione di ceramica feldspatica a base di nanofluoroapatite IPS e.max[®] Ceram (tecnica *cut-back* e tecnica di stratificazione) [10].

- IPS e.max[®]CAD

I blocchetti di metasilicato di litio sono disponibili in due dimensioni e in tre gradazioni di traslucenza (figura 12): *high translucency* (HT), *low translucency* (LO), *medium opacity* (MO).



Fig. 12. Blocchetti di metasilicato di litio.

Una volta scelto il blocchetto del colore adeguato, la preparazione del modello e la modellazione in cera vengono eseguite come per la ceramica pressofusa. Dopodiché il manufatto viene lavorato con sistemi CAD/CAM da parte di partner autorizzati (Diadem, Kavo, Sirona, Straumann).

Dopo la fresatura, sarà l'odontotecnico a procedere con la rifinitura finché il restauro è ancora nello stadio di metasilicato; dopodiché il restauro viene accuratamente pulito da eventuali residui della fresatura, ma non sabbiato. A questo punto, a seconda della tecnica utilizzata, l'odontotecnico procede o con la colorazione del restauro e alla sua cristallizzazione in un'unica fase (tecnica di pittura), o alla cristallizzazione del pezzo che sarà poi seguita dalla stratificazione della ceramica da rivestimento (tecnica *cut-back* e stratificazione). La cristallizzazione completa avviene a 850°C.

E' da sottolineare infine che, poiché durante la cristallizzazione avviene una contrazione dello 0.2%, il valore viene già considerato da ciascun software CAD così che i restauri fresati dopo la cristallizzazione presentino una elevata precisione [11].

2.5 Proprietà meccaniche

La composizione chimica del disilicato e la sua microstruttura con cristalli strettamente interconnessi, conferiscono a questo materiale la più elevata resistenza alla flessione e tenacità fra tutte le ceramiche vetrose [7, 14, 15].

La maggior complicazione riportata in letteratura riguardo ai restauri in ceramica integrale riguarda la frattura della ceramica di rivestimento (*chipping*) [16]: il successo dei sistemi ceramici *bilayered* dipende dalla forza di legame tra ceramica del *core* e ceramica da rivestimento e dalle proprietà meccaniche di quest'ultima [17].

La possibilità di realizzare restauri monolitici in disilicato garantisce un ulteriore aumento della resistenza alla frattura ed elimina il problema del *chipping*. Studi eseguiti su simulatori di masticazione hanno dimostrato che quando corone monolitiche in IPS e.max[®] CAD sono sottoposte a cicli di fatica vanno incontro a fratture in blocco solo per elevati livelli di carico (>1000 N dopo un milione di cicli) mentre corone in zirconia rivestite sono risultate altamente suscettibili ai *chipping*: le fratture, limitate alla sola ceramica di rivestimento, avvengono dopo 100.000 cicli a 200 N [18].

In un studio clinico a due anni, è stata valutata la *performance* clinica di 65 corone monolitiche in IPS e.max[®] CAD: su 65 corone non ci sono state né fratture, né *chipping* superficiali della ceramica [15].

	IPS e.max [®] Press	IPS e.max [®] CAD
Resistenza biassiale alla flessione (MPa)	400	360
Tenacità (MPa^{0.5})	2.75	2.25
Modulo di Young (GPa)	95	95
Durezza Vickers (MPa)	5800	5800

Tab. 2. Proprietà meccaniche del disilicato di litio.

2.6 Colore e traslucenza

Dal punto di vista estetico, il disilicato è un materiale molto versatile, utilizzabile in diverse situazioni cliniche in quanto è disponibile in diversi gradi di traslucenza e opacità.

La rifrazione della luce causata dalla fase cristallina presente nella matrice vetrosa è la responsabile dell'aumento di opacità di un materiale. L'opacità è quindi controllabile scegliendo una fase cristallina che abbia un indice di rifrazione il più simile possibile a quello della matrice vetrosa. Poiché i cristalli di disilicato hanno un indice di rifrazione (~1.55) molto simile a quello della matrice vetrosa (~1.5), lo *scattering* della luce che avviene all'interfaccia tra i cristalli e la matrice vetrosa è minimo e il materiale è molto traslucido.

L'opacità non dipende però solo dai relativi indici di rifrazione, ma anche dalla dimensione dei cristalli dispersi nella matrice e dall'omogeneità della loro dispersione: più piccoli sono i cristalli, maggiore sarà l'opacità.

La possibilità di controllare il processo di cristallizzazione a livello industriale, includendo nanoparticelle cristalline, permette anche la produzione di grezzi di disilicato di elevata opacità garantendo così un ampio campo di applicazione di tale materiale [7, 12, 19].

Il colore del disilicato è controllato grazie alla dissoluzione omogenea di ioni coloranti nella matrice vetrosa come ad esempio il Cesio (Ce^{+4} giallo), il Manganese (Mn^{+3} marrone), il Vanadio (V^{+4} blu; V^{+3} giallo). A seconda degli ioni dispersi e della loro concentrazione, sono ottenute diverse gradazioni di colore per ogni livello di traslucenza e opacità.

2.7 Indicazioni cliniche

Il disilicato di litio, grazie alle sue ottime proprietà meccaniche e alle sue eccellenti caratteristiche estetiche, è un materiale che può essere utilizzato in diverse situazioni cliniche.

Per quanto riguarda i restauri parziali, il suo utilizzo è indicato nella realizzazione di faccette, inlay, onlay ed overlay; per i restauri totali è indicato nelle

corone singole anteriori e posteriori e nei ponti di tre elementi nel settore anteriore e in quello posteriore fino al secondo premolare come pilastro distale [20].

E' da sottolineare come grazie alla bassa viscosità dei grezzi di disilicato quando vengono pressati sia possibile produrre restauri molto sottili (spessore minimo richiesto 0.3-0.5mm): questo permette al clinico di eseguire preparazioni dentali minime, o addirittura di incollare restauri senza alcuna preparazione [21]

Di recente è stata introdotta anche la possibilità di usare il disilicato nella protesi implantare: IPS e.max[®] CAD può essere utilizzato sia nella fabbricazione di un abutment ibrido (cementato su una apposita base in titanio) su cui viene cementata una corona monolitica in disilicato; sia nella realizzazione di una corona-abutment ibrida, (sempre cementata sulla base in titanio) che viene poi avvitata sull'impianto [22].

2.8 Adesione e cementazione

Per il successo clinico dei restauri è indispensabile ottenere un legame durevole e predicibile tra la struttura dentale e il materiale ceramico in modo da ottenere un unico coerente sistema dente-restauro [23, 24].

I materiali d'elezione per ottenere una buona adesione tra restauro in ceramica e tessuto dentale sono i cementi compositi resinosi. I cementi compositi sono costituiti da riempitivi inorganici dispersi in una matrice organica resinosa tipo Bis-GMA, TEGDMA, UDMA [25]. Il legame tra questi cementi e la superficie ceramica è sia di tipo micromeccanico che di tipo chimico.

- micromeccanico: la mordenzatura della superficie ceramica con HF dissolve parzialmente la matrice vetrosa della ceramica ed espone le particelle cristalline. Ne risulta una superficie ceramica microruvida e una maggior area superficiale disponibile per l'adesione [26];
- chimico: la silanizzazione della ceramica aumenta la bagnabilità di superficie e crea un legame chimico tra cemento e ceramica; il silano è un monomero a doppia funzione, composto da un gruppo silanolo che reagisce per condensazione con la superficie della ceramica idrolizzata e da un gruppo metacrilato che polimerizza con la matrice di resina del composito [25]. Il

trattamento di silanizzazione dopo mordenzatura è ad oggi il miglior metodo per garantire una buona adesione tra cemento e ceramica vetrosa [27, 28].

Diversi studi hanno dimostrato che usare un cemento composito adesivo aumenta la resistenza alla frattura dei restauri in vetroceramica, fornisce elevata ritenzione, aumenta l'adattamento marginale e previene microinfiltrazioni penetrando difetti superficiali e irregolarità della ceramica inibendo così la propagazione dei *crack*.

Poiché la resistenza del legame resina-ceramica è controllata primariamente dalla microstruttura e dal tipo di trattamento superficiale della ceramica, è essenziale stabilire un protocollo di adesione preciso [23].

2.9 Bibliografia

- [1] Lindsay MR. Development of Lithium Disilicate Microstructure Graded Glass-Ceramic. [PhD thesis in Materials Science and Engineering]: Virginia Polytechnic Institute and State University; 2012.
- [2] Perosino GC. Scienze della Terra. 2012.
- [3] Mahmoud MM. Crystallization of Lithium Disilicate using variable frequency microwave processing. [PhD thesis in Materials Science and Engineering]: Virginia Polytechnic Institute and State University 2007.
- [4] Naruporn M, Pornchanok L, Witoon T. Characterisation and properties of lithium disilicate glass ceramics in the $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-K}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$ system for dental applications. In: Engineering HPCAiMSa, editor.2013.
- [5] von Clausbruch S, Schweiger M, Höland W, Rheinberger V. The effect of P_2O_5 on the crystallization and microstructure of glass-ceramics in the $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-K}_2\text{O-ZnO-P}_2\text{O}_5$ system. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2000;263-264:388-94.
- [6] Goharian P. Properties, crystallization mechanism and microstructure of lithium disilicate glass-ceramic. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2010;356:208-14.
- [7] El-Meliegy E, van Noort R. Glasses and glass ceramics for medical applications. New York: Springer; 2012.
- [8] Buchner S, Lepienski CM, Soares PC, Balzaretti NM. Effect of high pressure on the mechanical properties of lithium disilicate glass ceramic. *Materials Science and Engineering A*. 2011:3921-4.
- [9] Park J. Development of a glass-ceramic for biomedical applications [PhD thesis in Metallurgical and Materials Engineering]: Graduate School of Natural and Applied Sciences of Middle East Technical University.; 2008.

- [10] Ivoclar-Vivadent. IPS e.max® Press: istruzioni d'uso.
- [11] Ivoclar-Vivadent. IPS e.max® CAD: istruzioni d'uso.
- [12] Ivoclar-Vivadent. IPS e.max® Lithium disilicate: the future of all-ceramic dentistry.
- [13] Burke H. IPS e.max Press® e IPS e.max CAD®: due vetroceramiche allo stato dell'arte attuale. Report Ivoclar. 2006;17:6-16.
- [14] Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. J Dent. 2003;31:181-8.
- [15] Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. J Am Dent Assoc. 2010;141 Suppl 2:10S-4S.
- [16] Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. J Prosthet Dent. 2007;98:389-404.
- [17] Asgar K. Casting metals in dentistry: past--present--future. Advances in dental research. 1988;2:33-43.
- [18] Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. Int J Prosthodont. 2010;23:434-42.
- [19] Claus H. The structure and microstructure of dental porcelain in relationship to the firing conditions. Int J Prosthodont. 1989;2:376-84.
- [20] Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic-lithium disilicate. J Esthet Restor Dent. 2010;22:332-41.

- [21] Schmitter M, Seydler BB. Minimally invasive lithium disilicate ceramic veneers fabricated using chairside CAD/CAM: a clinical report. *J Prosthet Dent*. 2012;107:71-4.
- [22] Ivoclar-Vivadent. IPS e.max® CAD solution.
- [23] Pollington S, Fabianelli A, van Noort R. Microtensile bond strength of a resin cement to a novel fluorcanasite glass-ceramic following different surface treatments. *Dent Mater*. 2010;26:864-72.
- [24] Zortuk M, Kilic K, Gurbulak AG, Kesim B, Uctasli S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. *Dent Mater J*. 2010;29:418-24.
- [25] Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89:268-74.
- [26] Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2003;89:479-88.
- [27] Liang C, Byoung IS. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Current Research in Dentistry*. 2012;3:7-17.
- [28] Panah FG, Rezai SM, Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont*. 2008;17:409-14.

Capitolo 3

Materiali e metodi

3.1 Disegno dello studio

Di seguito si riporta uno schema del disegno dello studio (figura 1): nei riquadri in verde è rappresentata la fase di analisi superficiale e microstrutturale; in blu la fase di studio dell'adesione; in rosso la fase di determinazione delle proprietà meccaniche.

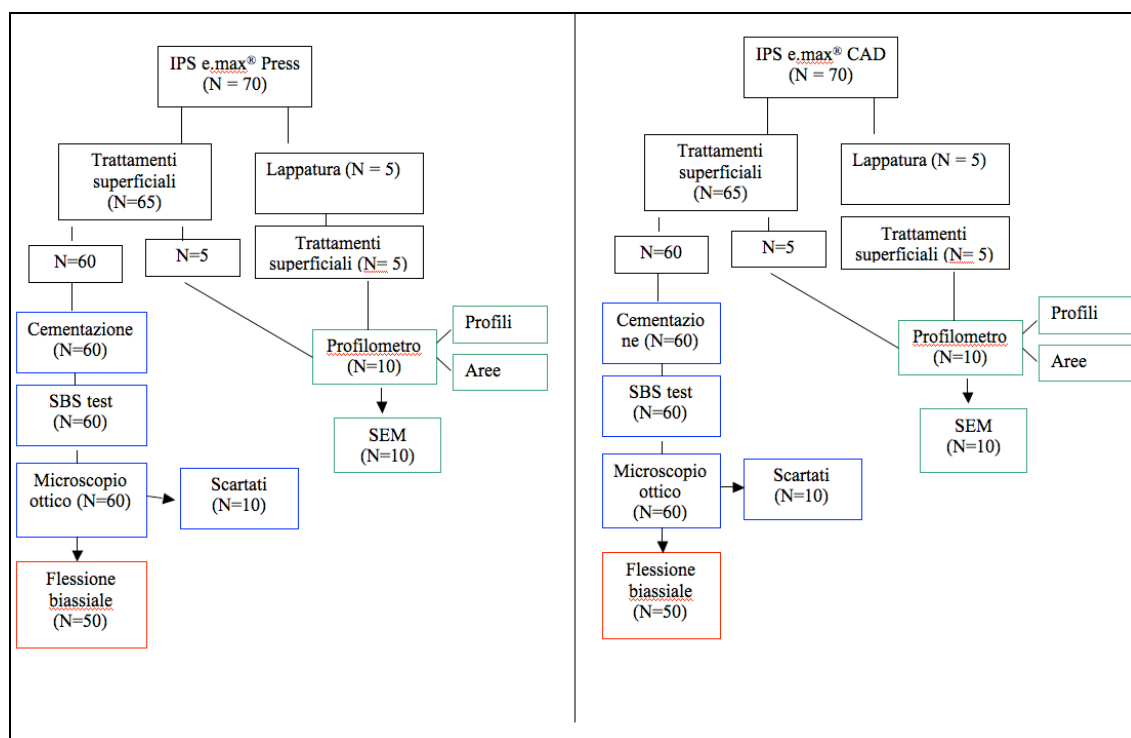


Fig. 1. Diagramma rappresentativo dello studio sperimentale.

3.2 Preparazione dei campioni

Sono stati preparati 70 dischi di IPS e.max® Press e 70 dischi di IPS e.max® CAD (Ivoclar-Vivadent) di 12 mm di diametro e 2 mm di spessore.

- Dischi IPS e.max® Press (tipo A):

I dischi sono stati fabbricati in un laboratorio odontotecnico di Bologna (Laboratorio Braccini Sas Di Braccini Luca & C) secondo la tecnica di pressatura indicata dalla casa produttrice. Per ottenere i campioni della forma e delle dimensioni richieste dallo studio, è stato fabbricato per prima cosa uno stampo in teflon da cui si potesse ottenere in cera l'analogo del campione finale in disilicato (figura 2).



Fig. 2. Stampo in teflon.



Fig. 3. Modellazione del disco in cera.

E' stata eseguita poi l'imperniatura sulla base del cilindro Ivoclar (figure 4 e 5).



Fig. 4. Cilindro per imperniatura e messa in rivestimento.

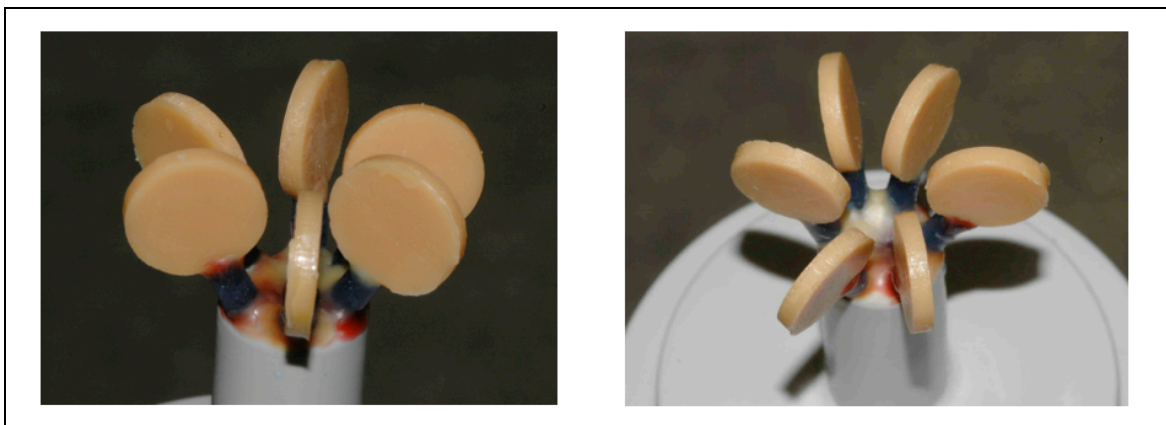


Fig. 5. Imperniatura di 6 dischi in cera.

La messa in rivestimento è stata effettuata mescolando 200 g di polvere da rivestimento IPS PressVest con 31ml di liquido IPS PressVest e 13 ml di acqua distillata. La miscelazione è stata effettuata manualmente per 20 secondi poi sotto vuoto per un minuto.

Il cilindro è stato poi messo nel forno di preriscaldamento, quindi è stato pressato il grezzo IPS e.max[®] Press, e infine i campioni sono stati smuffolati (figura 6), puliti con particelle di Al₂O₃ di 100 µm a 2 bar di pressione e rifiniti (figura 7).



Fig. 6. Dischi smuffolati prima di essere separati e rifiniti.



Fig. 7. Disco di partenza in cera e disco in disilicato rifinito.

Dopo aver applicato IPS e.max[®] Ceram Glaze Spray su una sola superficie del disco, è stata effettuata la glasatura secondo i parametri di cottura adeguati (figura 8).



Fig. 8. Superficie glasata del disco.

- IPS e.max[®] CAD (tipo B):

Anche per la fabbricazione di questi campioni è stato usato lo stampo in teflon per ottenere l'analogo campione in cera (in questo caso è stato sufficiente modellare un solo disco in cera che è stato poi scansionato e tenuto in memoria nel software di elaborazione CAD per il fresaggio di tutti i 70 dischi).

3.3 Analisi diffattometrica (XRD)

L'analisi diffattometrica è stata condotta su entrambe le tipologie di disilicato su campioni non trattati per identificare le fasi cristalline costituenti i campioni di partenza. L'analisi è stata condotta al diffrattometro Philips PW 3730. Le condizioni operative sono state: sorgente di raggi X $K\alpha$ Cu, intervallo di analisi 2θ 5-80°. Lo spettro di diffrazione è stato esaminato mediante l'aiuto del software Crystallographica.

3.4 Trattamenti superficiali con acido fluoridrico

Oggetto dello studio sperimentale è stata la superficie non glasata dei dischi di ceramica così ottenuti.

Va premesso che tale superficie è stata trattata come se fosse la superficie interna di un restauro: poiché nell'utilizzo clinico tale superficie non viene rifinita o lucidata, allo stesso modo le superfici dei dischi sono state lasciate così come sono state fornite dal laboratorio odontotecnico o dal centro di fresaggio prima di subire i trattamenti superficiali oggetto dello studio.

I trattamenti sono stati eseguiti presso il Dipartimento di Scienze Biomediche e Neuromotorie dell'Università di Bologna, Clinica Odontoiatrica, reparto di Protesi.

Per ogni tipologia di disilicato (A e B), 65 dischi sono stati suddivisi in 5 gruppi a seconda del tipo di trattamento superficiale a cui sono stati sottoposti; ogni gruppo è costituito da 12 campioni.

- GRUPPO 1: nessun trattamento
- GRUPPO 2: campioni mordenzati con HF al 5% (IPS gel mordenzante, Ivoclar-Vivadent) per 20 secondi;
- GRUPPO 3: campioni mordenzati con HF al 5% (IPS gel mordenzante, Ivoclar-Vivadent) per 60 secondi;
- GRUPPO 4: campioni mordenzati con HF al 9.6% (Ultradent Porcelain Etch) per 20 secondi;
- GRUPPO 5: campioni mordenzati con HF al 9.6% (Ultradent Porcelain Etch) per 60 secondi.

GRUPPO	CONCENTRAZIONE HF (%)	TEMPO MORDENZATURA (sec)
1	NT	NT
2	5	20
3	5	60
4	9.6	20
5	9.6	60

Tab. 1. Descrizione dei trattamenti superficiali per ogni gruppo.

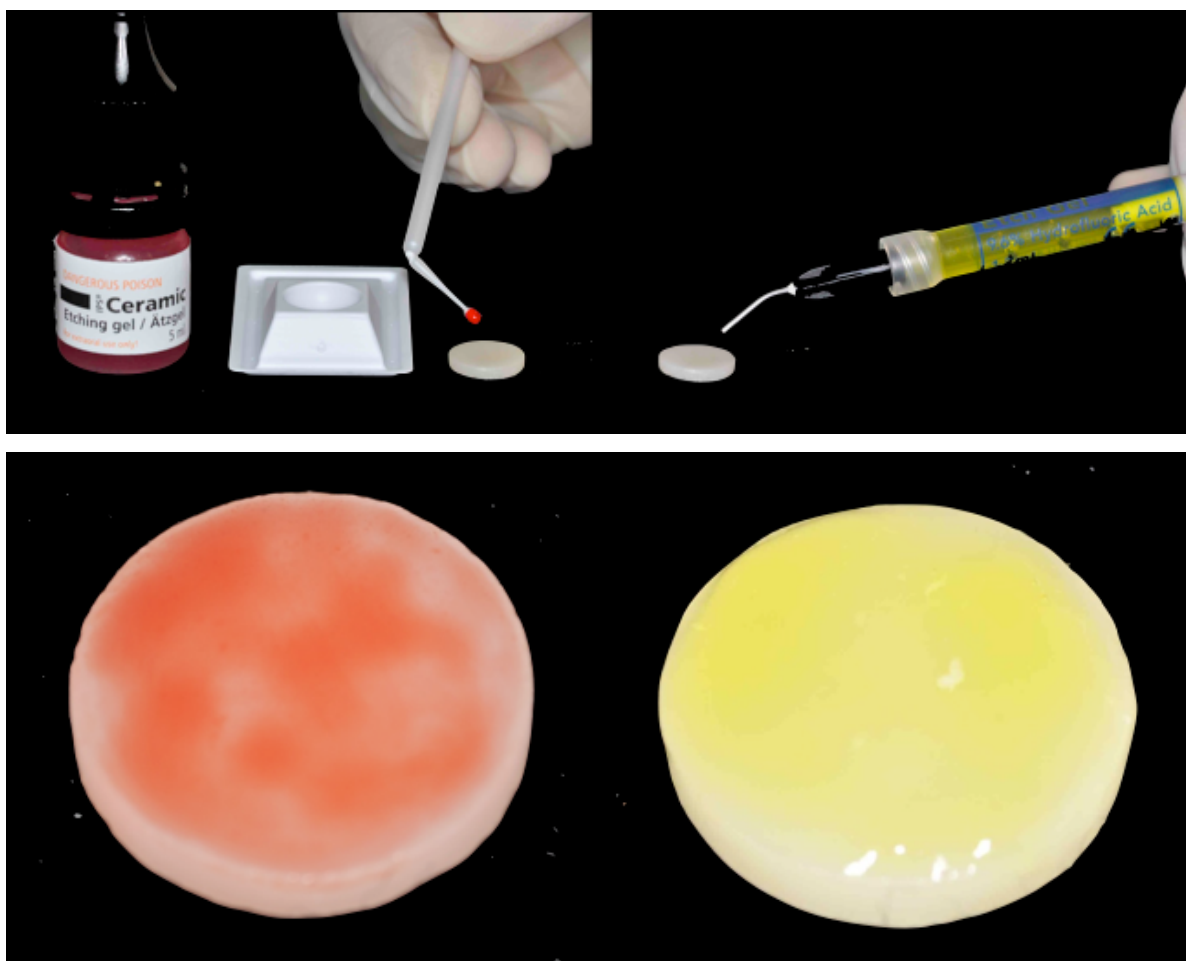


Fig. 9. Mordenzatura con HF al 5% e al 9.6%.

Tutti i campioni, dopo la mordenzatura, (figura 9), sono stati lavati con acqua per 60 secondi e asciugati con getto d'aria.

3.5 Lappatura dei campioni

I 5 campioni rimasti per ogni tipologia di disilicato, sono invece stati rifiniti e lucidati mediante lappatura prima di subire i trattamenti di mordanatura: tale processo è volto ad eliminare i difetti superficiali del campione per rendere la superficie da analizzare perfettamente liscia. In questo modo è possibile valutare in maniera accurata e ripetibile la rugosità superficiale del campione mordanato. Tale procedimento si discosta da quello che avviene nella realtà clinica, ma è stato necessario soprattutto per confrontare i risultati dello studio con quelli presenti in letteratura.

I campioni sono stati inglobati in un cilindro di resina acrilica Technovit® 4071 (Heraeus Kulzer) in modo da lasciare esposta la superficie non glasata del campione (figura 10).



Fig. 10: Campioni inglobati in resina.

La lappatura è stata effettuata al Centro Ceramico di Bologna mediante una lappatrice meccanica VARI/POL VP-150 (LECO Corporation, USA) secondo i parametri elencati nella tabella:

DISCO (μm)	VELOCITA' (giri/min)	TEMPO	PRESSIONE (psi)
400	150	1 minuto	18
600	150	40 secondi	20
10	150	2 ore	28
5	150	2 ore	28
2	150	2 ore	30
Silice colloidale	100	20 minuti	20

Tab. 2. Parametri di lappatura dei campioni.

3.6 Effetti del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura

I campioni trattati sono stati analizzati presso il Centro Ceramico di Bologna sia a livello superficiale mediante profilometro, ottico sia a livello microstrutturale mediante analisi al microscopio elettronico a scansione. Sono stati osservati tutti i campioni lappati e 10 campioni non lappati di entrambe le tipologie di disilicato per un totale di 20 campioni.

3.6.1 Analisi al profilometro ottico

L'analisi di superficie, volta a valutare la rugosità superficiale dei campioni prima e dopo la mordenzatura con acido fluoridrico, è stata effettuata mediante profilometro ottico non a contatto Leica DCM 3D (Leica Microsystems).

Sono stati analizzati sia i parametri bidimensionali (valore di R_a) sia quelli tridimensionali (valore di area S_a).

- procedura di acquisizione dei profili: sono stati tracciati virtualmente sul campione 4 diametri lungo i quali sono stati acquisiti 4 profili di 12 mm ciascuno (vedi figura 11A). La procedura si è ispirata alla norma di riferimento per l'analisi dei ceramici tecnici avanzati UNI EN 623-4 [1].

E' stato utilizzato un obiettivo confocale 20x con risoluzione ottica 0.28 μm e risoluzione verticale <15 nm.

Per l'estrazione dei profili di rugosità e di ondulazione, e la conseguente determinazione dei parametri di rugosità, sono stati applicati ai profili un filtro gaussiano e un valore di cut-off di 0.8mm.

Tra i parametri di rugosità rilevati è stato selezionato il valore di R_a definito nella norma ISO 4287 come lo scostamento medio aritmetico del profilo (parametro di altezza) [2].

- procedura di acquisizione delle aree: lo studio della tessitura di superficie mediante metodi areali è regolato dalla norma ISO 25178 che classifica i metodi di misura delle tessiture superficiali e stabilisce le caratteristiche nominali degli strumenti di misura che producono output in 3D [3]. Attualmente però non esistono norme che definiscano la procedura di acquisizione di dati di superficie tramite profilometri non a contatto.

Si è valutato che per rappresentare le caratteristiche di morfologia superficiale fosse adeguato procedere con l'acquisizione di 5 aree di $5.84 \times 4.24 \text{ mm}^2$ per ogni campione distribuite uniformemente sulla superficie dello stesso (vedi figura 11B). E' stato utilizzato un obbiettivo 20x e cut-off 0.8mm.

Tra i parametri di area rilevati è stato selezionato il valore di S_a definito dalla norma ISO 25178 come l'altezza media aritmetica della superficie [3].

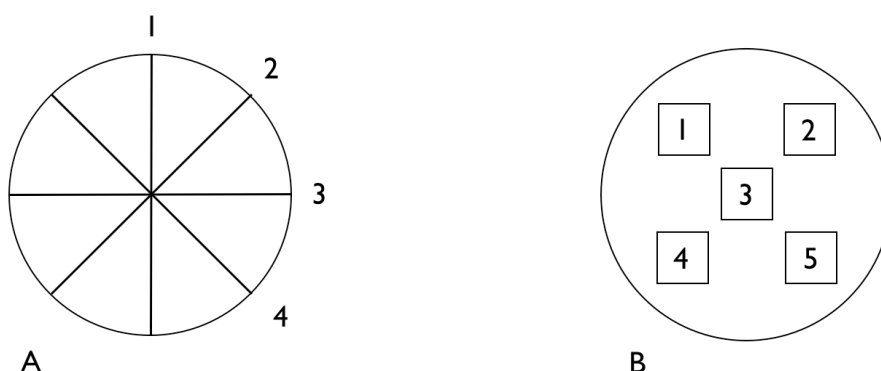


Fig.11. A- Disegno schematico dei 4 diametri di 12 mm per l'acquisizione dei profili; **B-** disegno schematico delle aree analizzate per la determinazione della rugosità tridimensionale.

3.6.2 Analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM-EDS)

L'analisi della microstruttura superficiale è stata condotta al Microscopio Elettronico a Scansione EVO[®] 40 (SEM) dotato di sistema per la microanalisi (EDS). I campioni, preventivamente metallizzati con oro perché fossero conduttivi, sono stati analizzati con lo scopo di caratterizzare la microstruttura del disilicato di litio (morfologia dei cristalli, porosità, difetti) e studiare i cambiamenti indotti dai trattamenti con acido fluoridrico su tale microstruttura.

3.7 Cementazione dei campioni

La cementazione dei campioni è stata eseguita presso il Dipartimento di Scienze Biomediche e Neuromotorie dell'Università di Bologna, Clinica Odontoiatrica, reparto di Protesi.

Sei dischi per volta sono stati posizionati su un supporto cilindrico in teflon; ogni disco è stato silanizzato con silano Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent) per un minuto ed evaporato con aria per un altro minuto per la rimozione del solvente (figura 12).

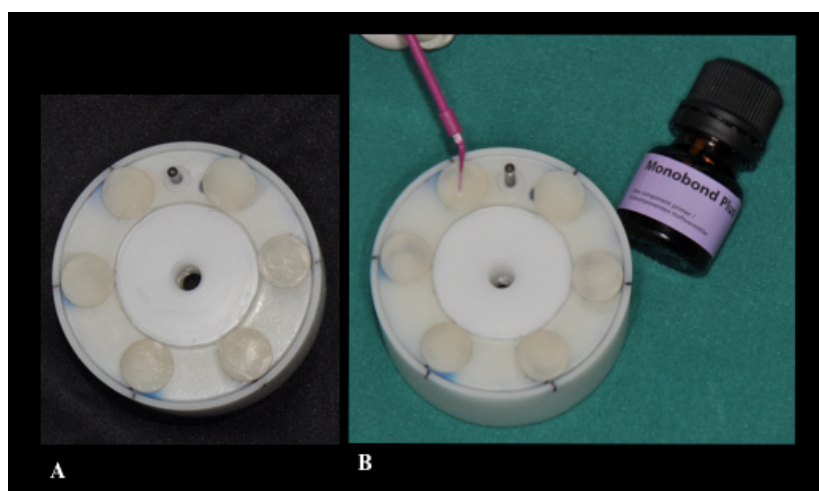


Fig. 12. A- Dischi posizionati sul supporto; B- silanizzazione.

Sul supporto è stato posizionato e avvitato un coperchio con 6 orifizi cilindrici di 3,28 mm di diametro e 3 mm di altezza che delimitasse l'area di cementazione (figura 13).

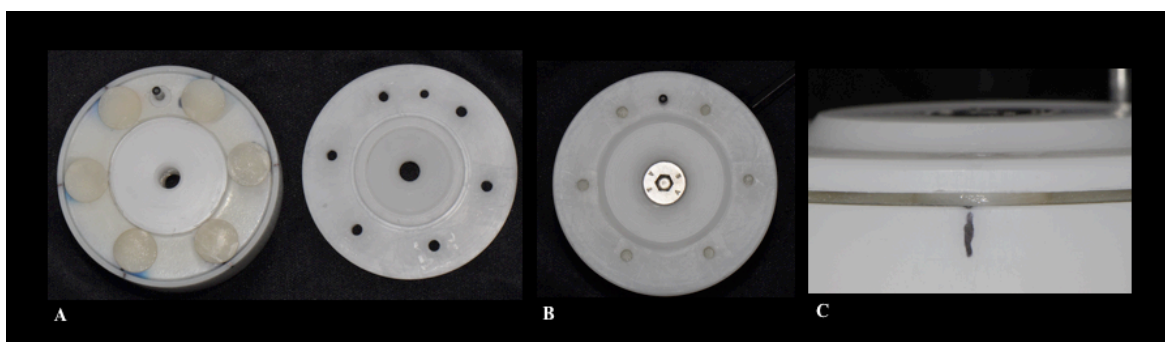


Fig. 13. A- Dischi sul supporto e coperchio; B- coperchio posizionato e avvitato sopra ai dischi; C- vista di profilo del disco posizionato sul supporto con coperchio chiuso.

All'interno di ogni orifizio è stato applicato uno strato sottile di cemento composito Multilink® Automix (Ivoclar-Vivadent) che è poi stato polimerizzato per 20 secondi con lampada Optilux 501 (Kerr). Dopo il cemento è stato applicato in un unico incremento del composito Tetric EvoCeram® (Ivoclar-Vivadent) e polimerizzato per 40 secondi (figura 14).

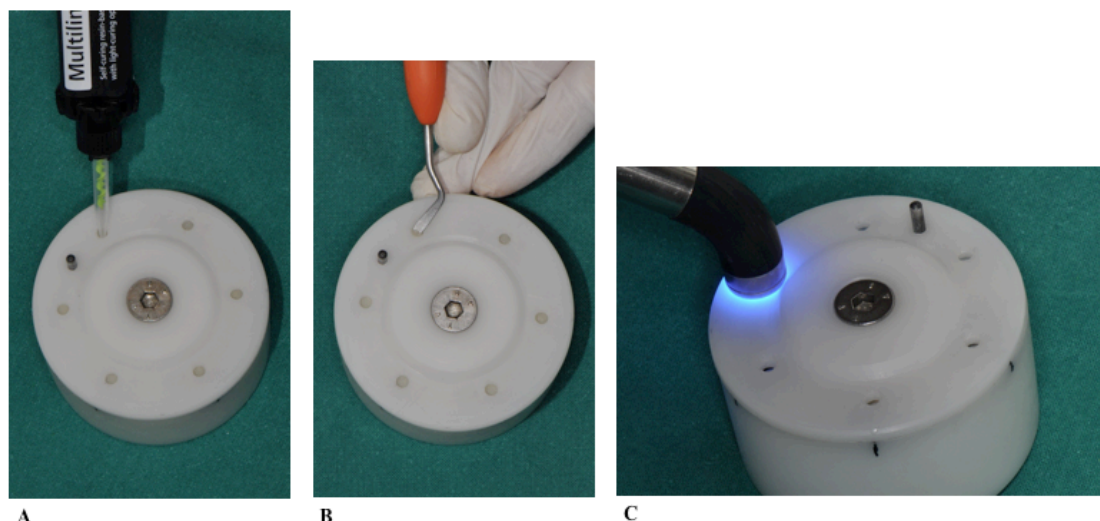


Fig. 14: A- Applicazione del cemento; B- applicazione del composito; C- foto polimerizzazione.

A polimerizzazione avvenuta, è stato svitato il coperchio e sono stati rimossi i campioni dal supporto. I campioni così ottenuti sono composti da un disco in disilicato su cui è cementato adesivamente un cilindro in composito (figura 15).

Tutta la procedura di cementazione è stata effettuata su 130 campioni.

I campioni, prima di essere sottoposti ai test di adesione, sono stati conservati in acqua distillata a 37°C per 24 ore (in accordo con la norma ISO 11405).



Fig. 15. Cilindro di composito cementato sul disco di disilicato.

3.8 Effetti del trattamento acido sull'adesione

3.8.1 *Shear Bond Strength* test

Per il test è stata utilizzata una macchina per test universali Instron 4465 con una cella di carico di 1kN con una velocità di avanzamento di 1mm/min. Il test è stato eseguito presso la Clinica Odontoiatrica del Dipartimento di Scienze Biomediche e Neuromotorie dell'Università di Bologna.

Ogni disco è stato fissato su un apposito supporto in accordo con la norma ISO 11405 per lo *shear bond* test come illustrato nella foto (figura 16) [4]. Il supporto è stato posizionato sotto alla cella di carico in modo che lo stress di taglio dato all'interfaccia adesiva fosse parallelo e non subisse forze rotazionali o di flessione. Il punzone attaccato alla cella di carico aveva una forma semicircolare che si adattava al cilindretto in composito.

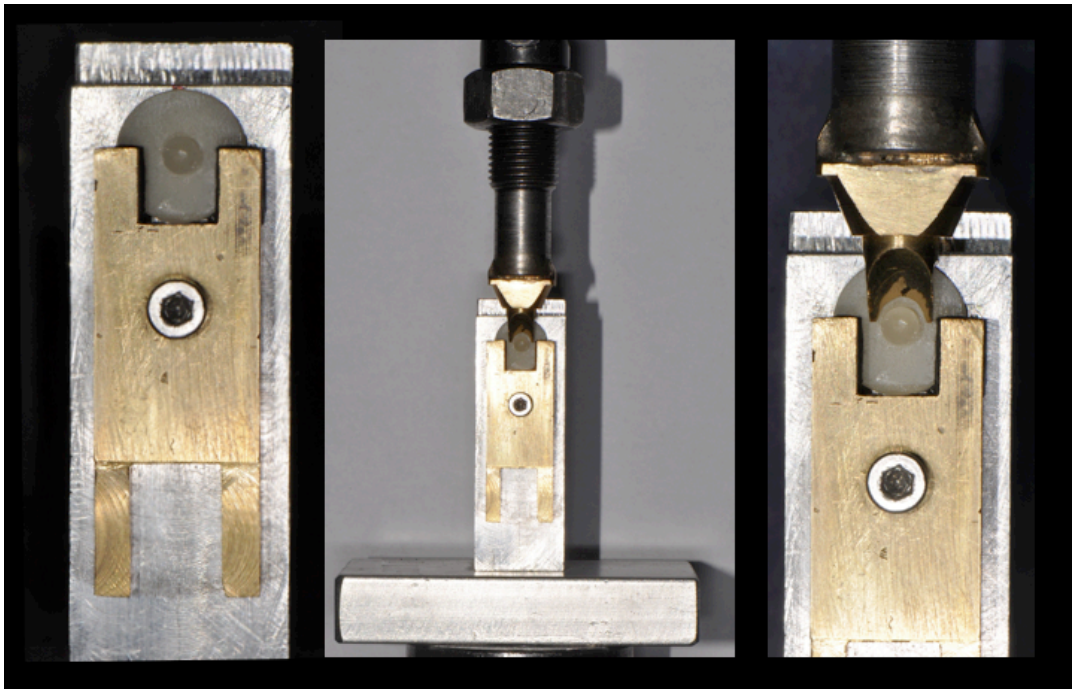


Fig. 16. Campione posizionato sul supporto per SBS test.

Lo stress all'interfaccia è stato calcolato mediante la formula: $S = F/A$

dove:

S = stress di taglio (MPa);

F = forza applicata (N);

A = area di adesione (8,45 mm²).

3.8.2 Analisi frattografica

Dopo lo *shear bond strength* test, tutti i campioni sono stati osservati presso il Centro Ceramico di Bologna allo stereomicroscopio (Leica MZ6) con ingrandimento 60x e 80x e sono stati classificati a seconda del tipo di frattura (figura 17).

- 1- Adesiva: quando vi è distacco netto tra ceramica e composito;
- 2- Coesiva:
 - a. Nella ceramica quando la ceramica rimane attaccata al composito;
 - b. Nel composito quando il composito rimane attaccato alla ceramica;
- 3- Mista: quando la frattura è in parte adesiva e in parte coesiva
 - a. Adesiva + coesiva nel disilicato;
 - b. Adesiva + coesiva nel composito.

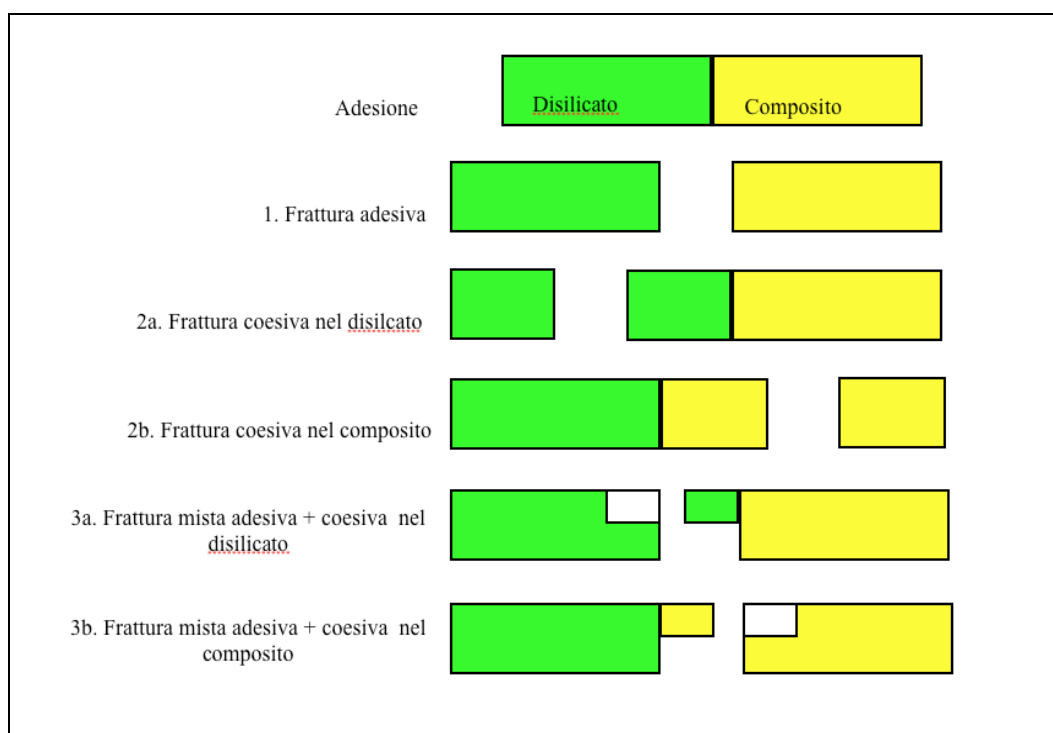


Fig. 17. Rappresentazione schematica dei tipi di frattura.

3.9 Effetti del trattamento acido sulla resistenza meccanica: *Biaxial Flexural Strength test*

I campioni che presentavano delaminazioni del disilicato sono stati scartati. Sono stati selezionati per il test di flessione biassiale 10 campioni per ogni gruppo per un totale di 100 campioni. La superficie dei campioni selezionati è stata rifinita utilizzando carta abrasiva a grana fine (P1000) per rimuovere eventuali residui di composito rimasti e avere una superficie perfettamente liscia.

Il test (*piston on 3 balls*) è stato eseguito in Clinica Odontoiatrica, Dipartimento di Scienze Biomediche e Neuromotorie dell'Università di Bologna, secondo la norma ISO 6872 con una macchina per test universali Instron 4465 con cella di carico 1kN alla velocità di 1mm/min [5].

I campioni sono stati appoggiati sopra al supporto in modo che la superficie glasata, corrispondente nella realtà clinica alla superficie occlusale della corona, fosse quella che subisse direttamente il carico del pistone mentre la superficie rifinita fosse a contatto con le sfere (figura 18).



Fig. 18. Campione posizionato sul supporto per il test di flessione biassiale.

La resistenza è stata calcolata secondo l'equazione: $S = - 0.238 \, 7P (X-Y)/d^2$ dove:

S = modulo di rottura (MPa);

P = carico totale che ha causato la frattura (N);

$X = (1 + \nu) \ln (r_2/r_3)^2 + [(1 - \nu)/2] (r_2/r_3)^2$;

$Y = (1 + \nu) [1 + \ln (r_1/r_3)^2] + (1 - \nu) (r_1/r_3)^2$.

In cui: ν = modulo di Poisson (0.25); r_1 = raggio del cerchio di supporto (4.75 mm); r_2 = raggio dell'area caricata (0.74 mm); r_3 = raggio del campione (6 mm); d = spessore del campione (2 mm).

3.10 Analisi statistica

3.10.1 Effetti del trattamento acido sull'adesione

Il test di Shapiro-Wilk dimostra che la distribuzione dei valori di adesione nei campioni IPS e.max[®] CAD non si discosta significativamente dalla normale ($p = 0.07$), mentre la distribuzione dei valori di adesione nei campioni IPS e.max[®] Press si discosta significativamente dalla normale ($p = 0.004$).

Il confronto tra l'influenza dei diversi trattamenti superficiali sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] CAD è stato effettuato con ANOVA univariata.

Una volta effettuato il test di Levène che ha verificato l'omogeneità delle varianze ($p = 0.23$), i confronti post hoc sono stati effettuati con il test di Scheffé.

Il confronto tra l'influenza dei diversi trattamenti superficiali sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] Press è invece stato effettuato con l'analisi non parametrica di Kruskal-Wallis.

Una volta effettuato il test di Levène che ha verificato l'omogeneità delle varianze ($p = 0.088$), i confronti post hoc sono stati effettuati con il test di Scheffé.

Un modello generalizzato univariato è stato utilizzato per verificare l'esistenza dell'interazione materiale-trattamento. Il livello di significatività α è stato a priori fissato a 0.05.

3.10.2 Effetti del trattamento acido sulla resistenza

Per quanto riguarda il dimensionamento dei campioni, ci siamo attenuti alle indicazioni della norma ISO 6872 che prevede l'utilizzo di almeno 10 campioni per gruppo.

Il test di Shapiro-Wilk ha dimostrato che la distribuzione dei valori di resistenza biassiale alla flessione sia nei campioni IPS e.max[®] CAD che nei campioni IPS e.max[®] Press non si discosta significativamente dalla normale ($p > 0.05$).

Il confronto tra l'influenza dei diversi trattamenti è stato quindi effettuato con ANOVA univariata.

Una volta effettuato il test di Levène che ha verificato l'omogeneità delle varianze ($p = 0.167$ per IPS e.max[®] CAD e $p = 0.20$ per IPS e.max[®] Press), i confronti post hoc sono stati effettuati con il test di Scheffé.

3.11 Bibliografia

- [1] Ente Nazionale Italiano di Unificazione. UNI EN 623-4. Ceramiche tecniche avanzate - Ceramiche monolitiche - Proprietà generali e tessiturali - Parte 4: Determinazione della rugosità superficiale. 2005.
- [2] Ente Nazionale Italiano di Unificazione. UNI EN ISO 4287. Specifiche geometriche dei prodotti (GPS) - Stato della superficie: metodo del profilo - Termini, definizione e parametri dello stato della superficie. 2009.
- [3] International Organization for Standardization. ISO 25178-604. Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal - Part 604: nominal characteristics of non-contact (coherence scanning interferometry) instruments. 2013.
- [4] International Organization for Standardization. ISO/TS 11405. Dental materials - Testing of adhesion to tooth structure. 2003.
- [5] International Organization for Standardization. ISO 6872. Dentistry - Ceramic materials. 2008.

Capitolo 4

Risultati

4.1 Analisi diffrattometrica (XRD)

Di seguito si riportano i diffrattogrammi relativi al campione IPS e.max[®] CAD (figura 1) e al campione IPS e.max[®] Press (figura 2) elaborati attraverso l'ausilio del software Crystallographica. Le analisi XRD hanno evidenziato che entrambi i campioni sono costituiti da disilicato di litio ortorombico ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) e da fosfato di litio ortorombico (Li_3PO_4).

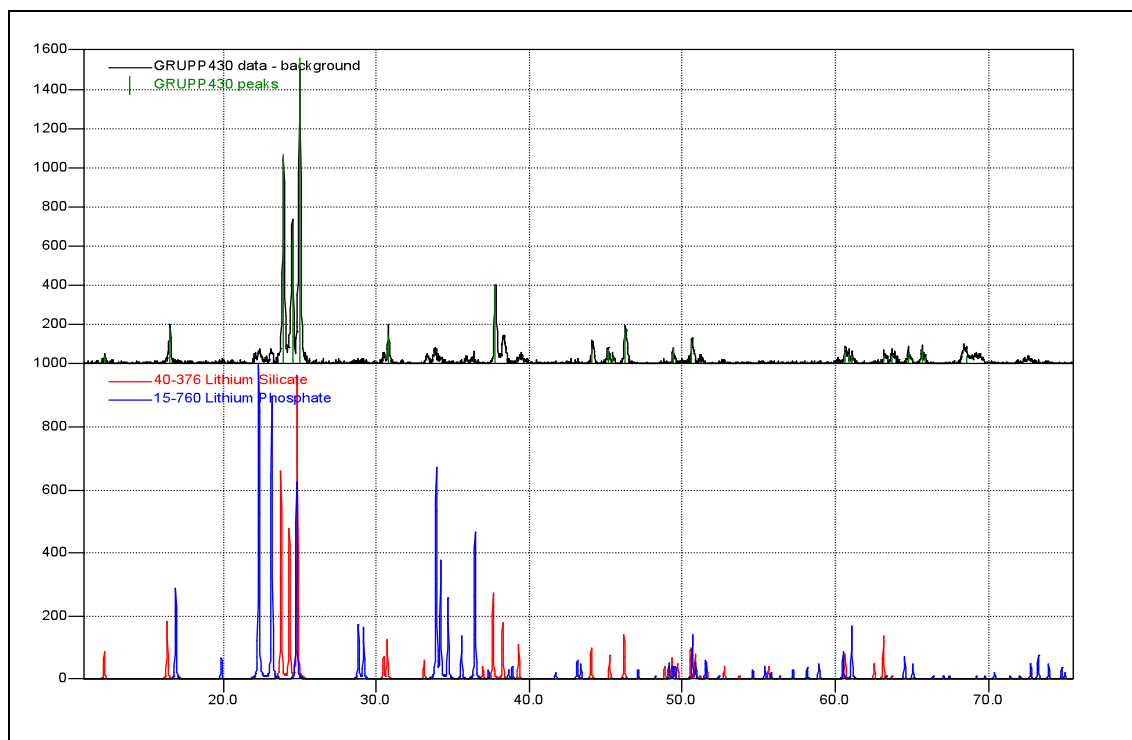


Fig. 1. Grafico XRD di un campione IPS e.max[®] CAD non trattato.

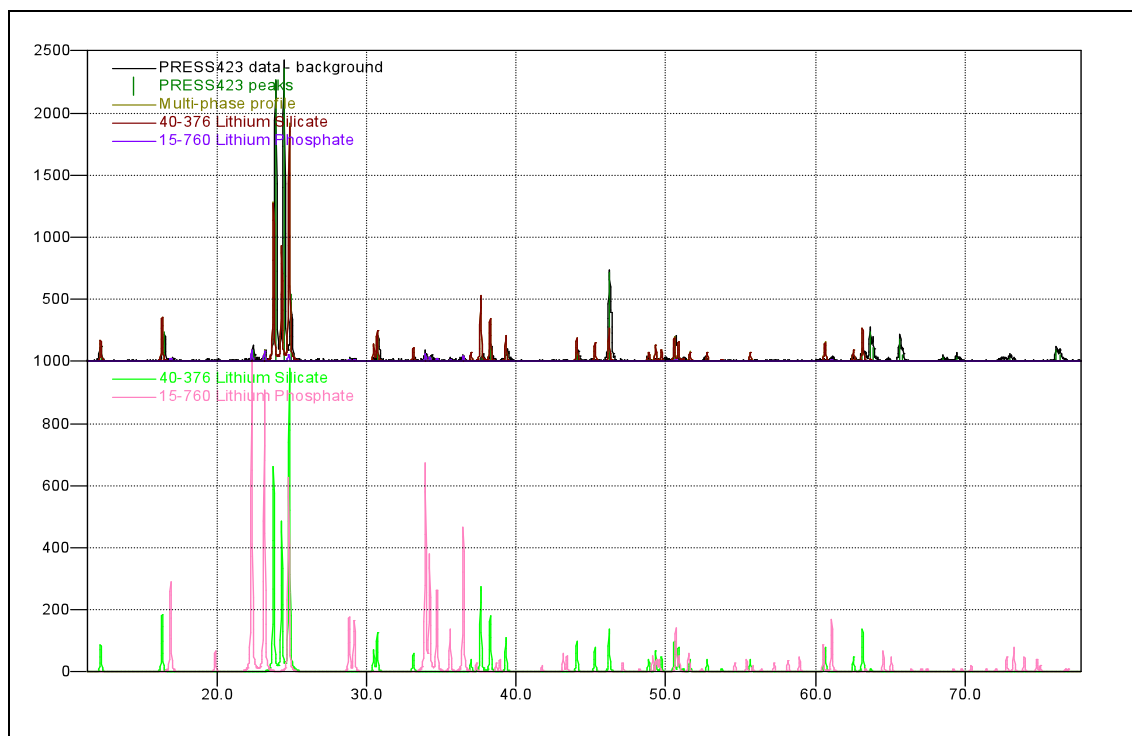


Fig. 2. Grafico XRD di un campione IPS e.max[®] Press non trattato.

4.2 Effetti del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura

4.2.1 Analisi al profilometro

4.2.1.1 Campioni IPS e.max[®] Press NON lappati

Di seguito si riportano le immagini a tre dimensioni delle aree acquisite per ogni campione di IPS e.max[®] Press NON lappato (Fig.3-7). La morfologia della superficie viene rappresentata in scala di colori associati a determinati livelli di altezza/profondità (in μm) rispetto al piano di acquisizione.

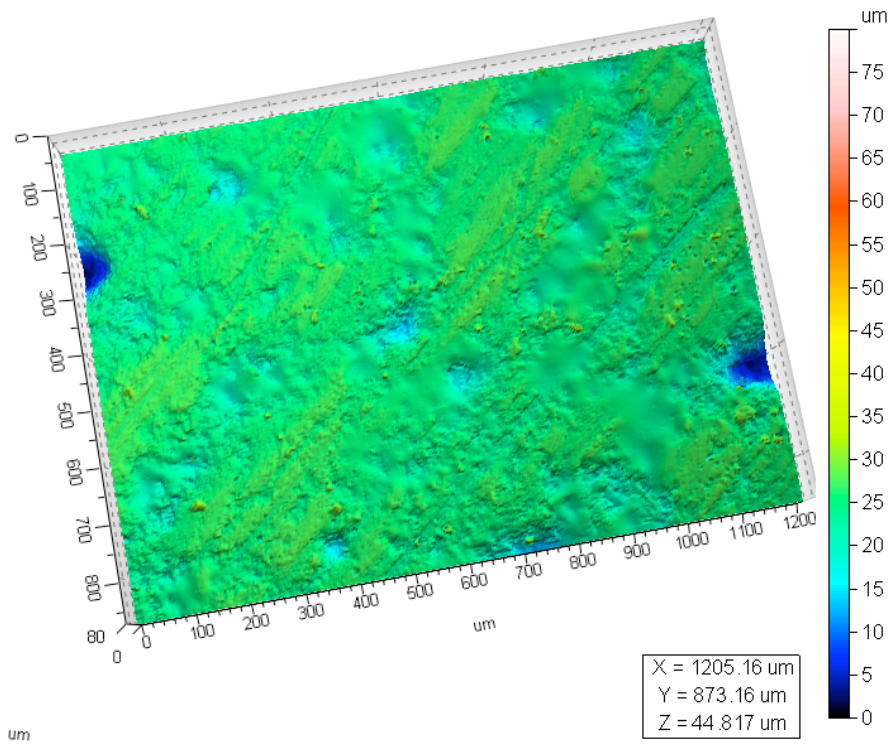


Fig. 3. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato che non ha subito nessun trattamento superficiale (GRUPPO 1).

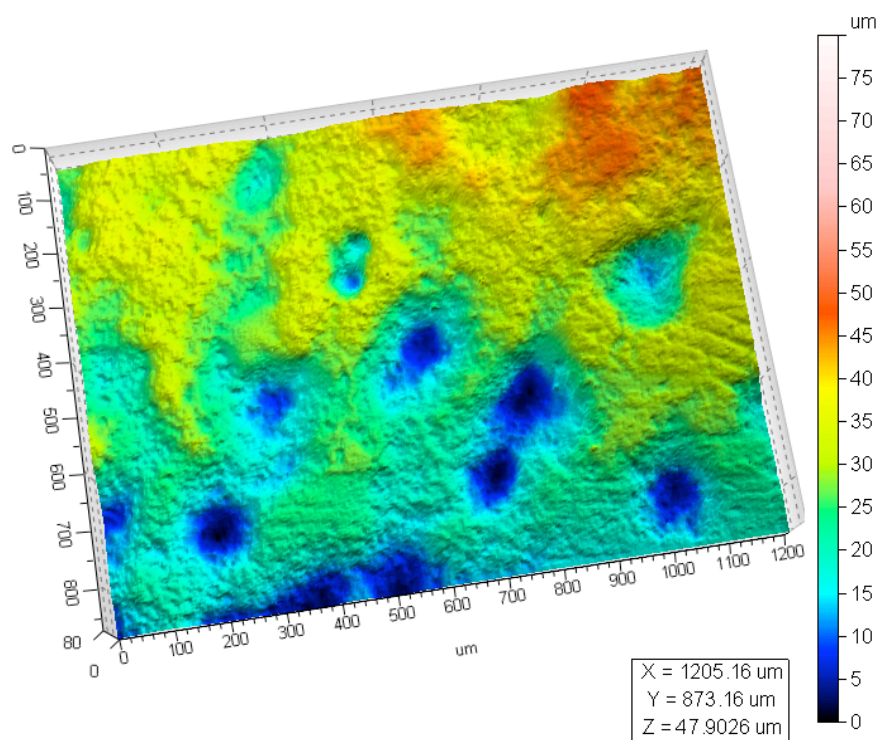


Fig. 4. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF 5% per 20 sec (GRUPPO 2).

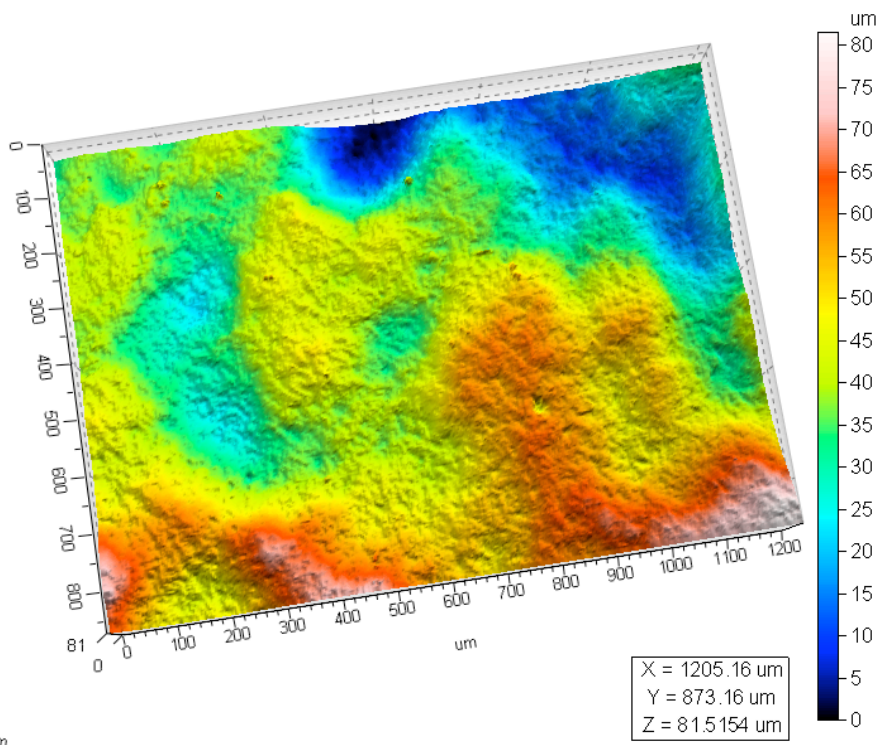


Fig. 5. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF 5% per 60 sec (GRUPPO 3).

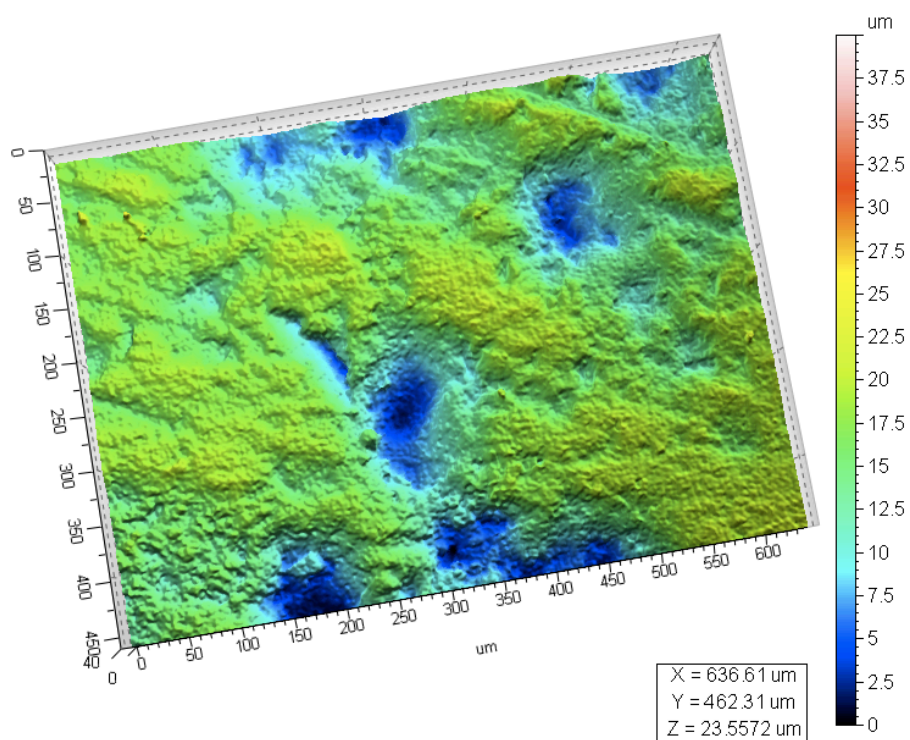


Fig. 6. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF 9.6% per 20 sec (GRUPPO 4).

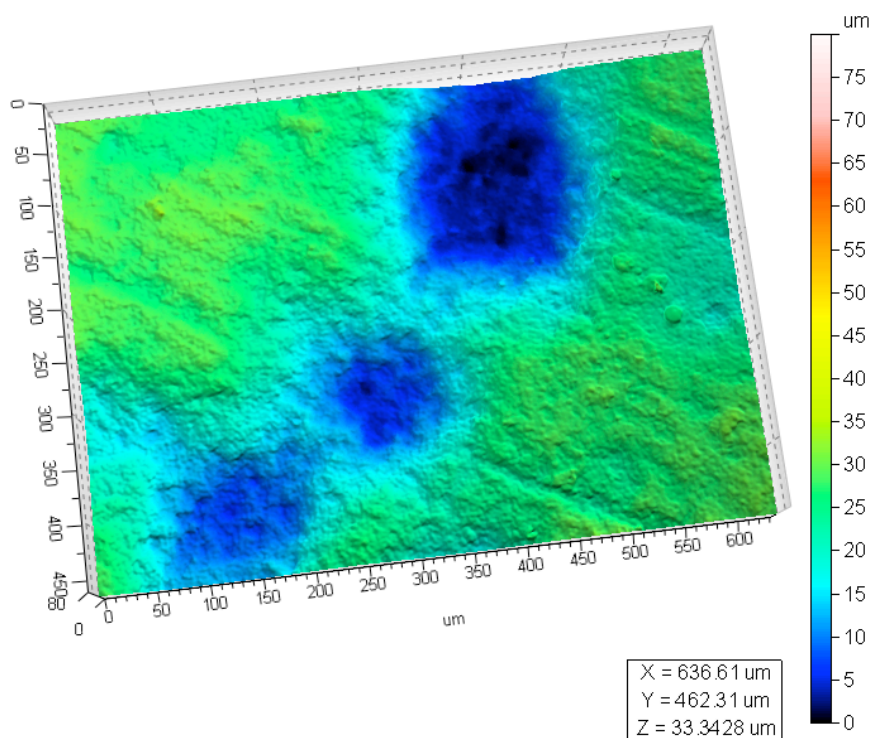


Fig. 7. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF 9.6% per 60 sec (GRUPPO 5).

4.2.1.2 Campioni IPS e.max[®] Press lappati

Di seguito si riportano le immagini a tre dimensioni delle aree acquisite per ogni campione di IPS e.max[®] Press lappato (Fig.8-12).

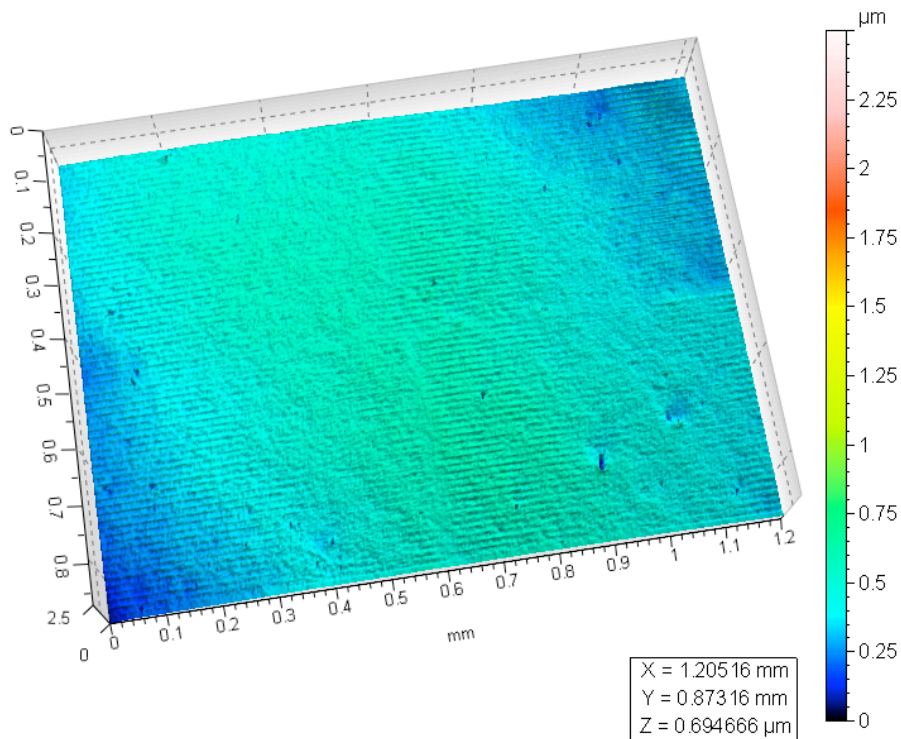


Fig. 8. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press lappato che non ha subito nessun trattamento superficiale (GRUPPO 1).

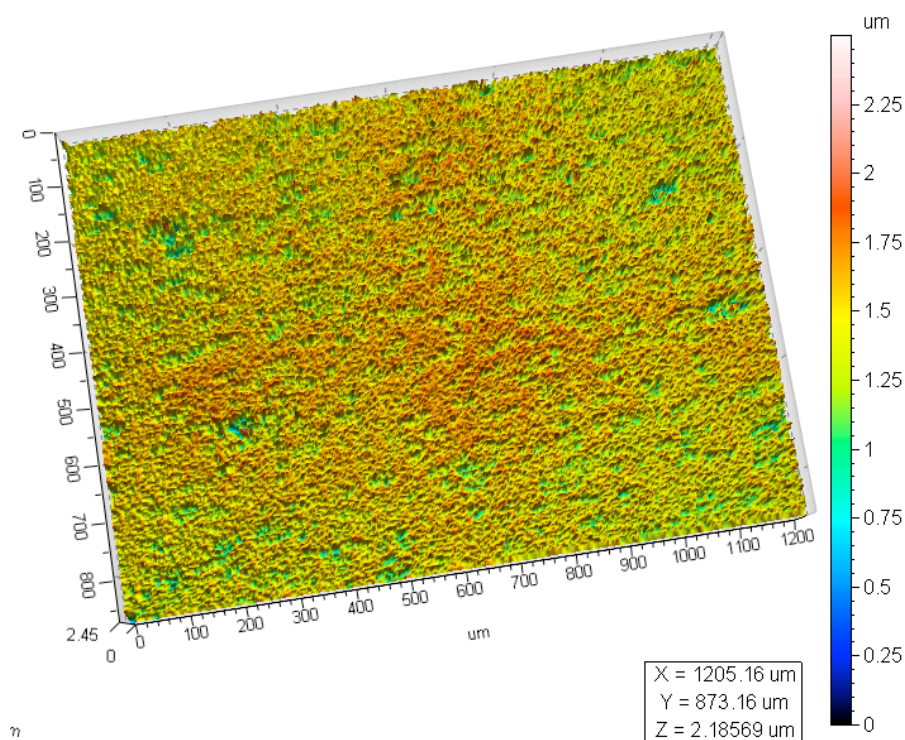


Fig. 9. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF 5% per 20 sec (GRUPPO 2).

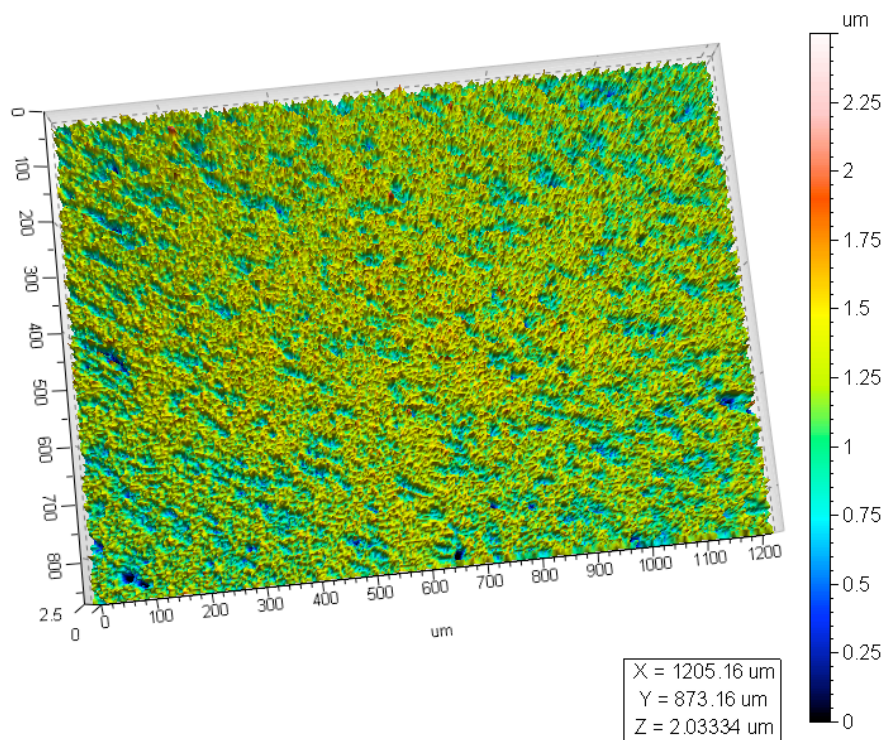


Fig. 10. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF 5% per 60 sec (GRUPPO 3).

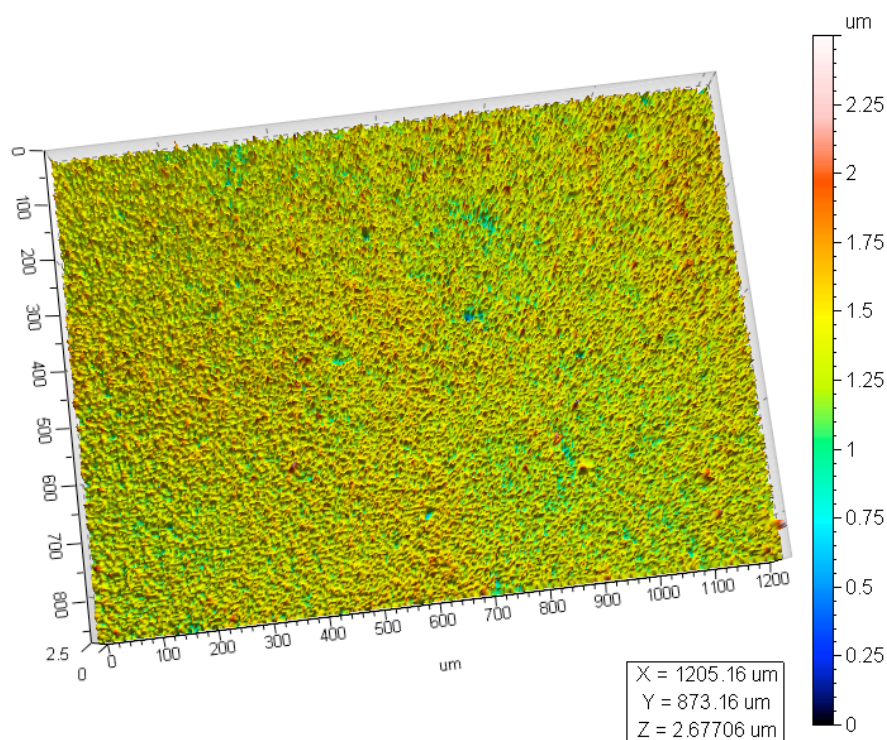


Fig. 11. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF 9.6% per 20 sec (GRUPPO 4).

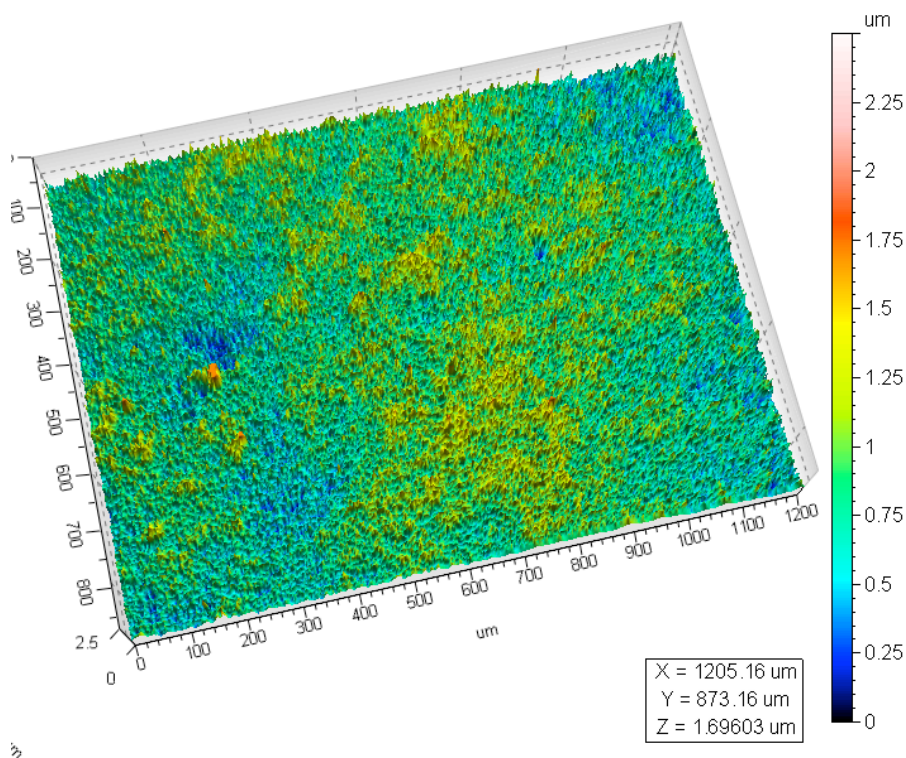


Fig. 12. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF 9.6% per 60 sec (GRUPPO 5).

4.2.1.3 Campioni IPS e.max[®] CAD NON lappati

Di seguito si riportano le immagini a tre dimensioni delle aree acquisite per ogni campione di IPS e.max[®] CAD NON lappato (Fig.13-17).

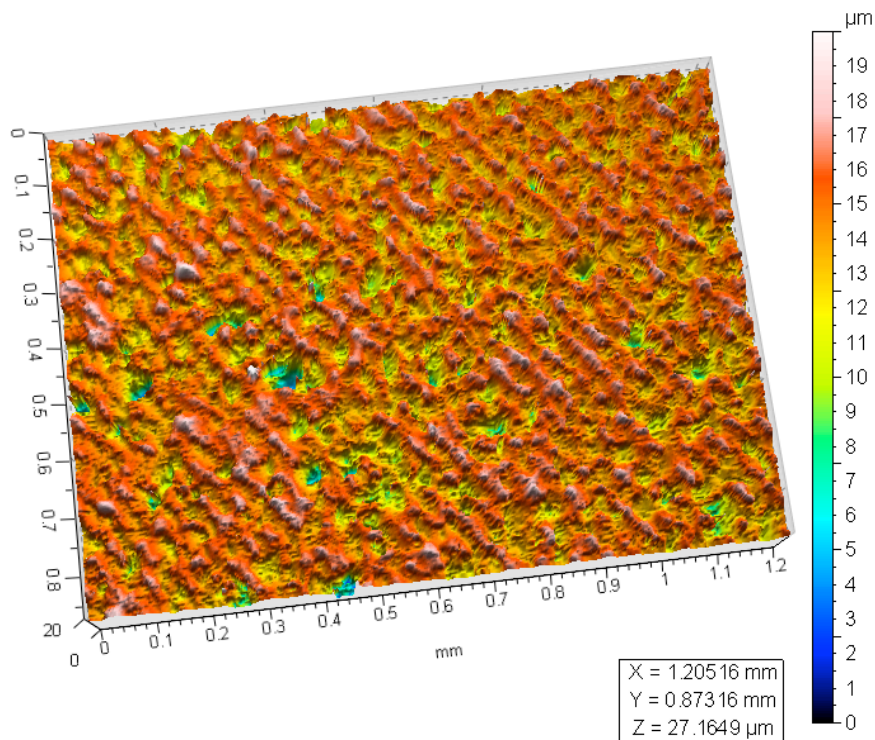


Fig. 13. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato che non ha subito nessun trattamento superficiale (GRUPPO 1).

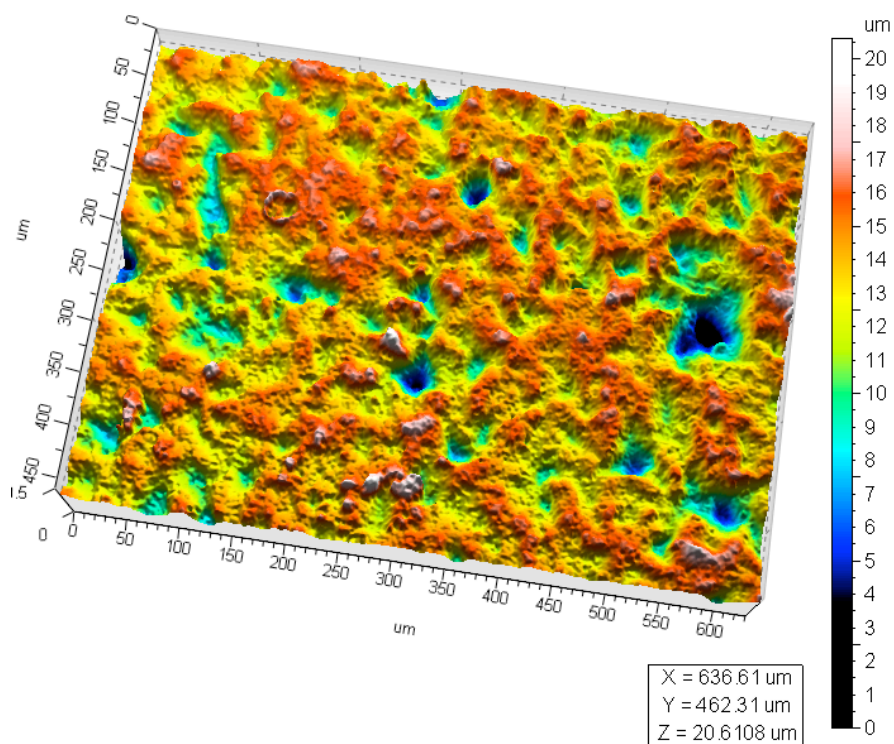


Fig. 14. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF 5% per 20 sec (GRUPPO 2).

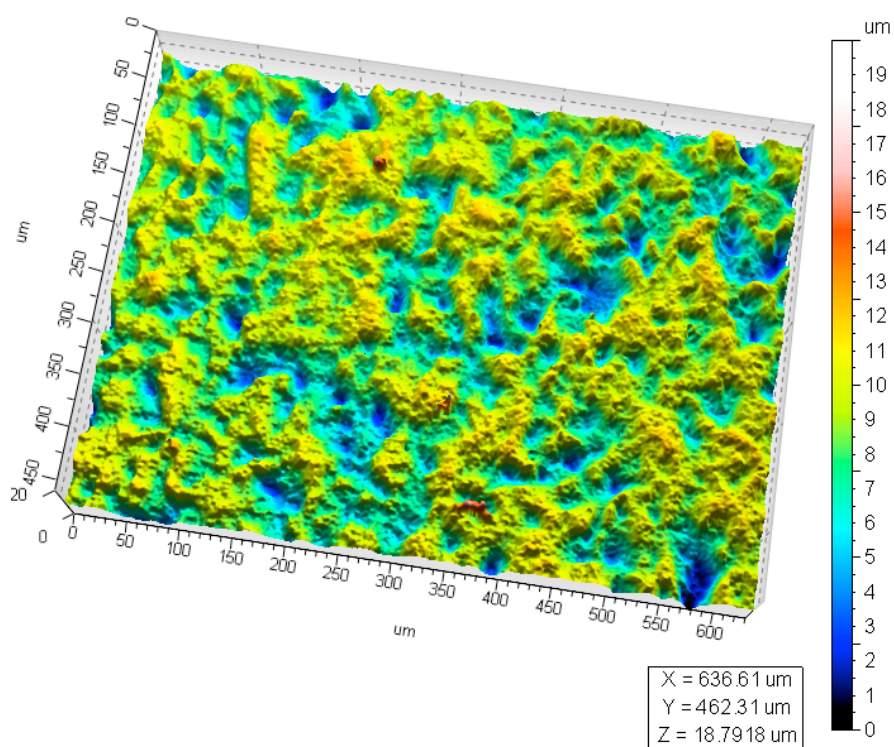


Fig. 15. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF 5% per 60 sec (GRUPPO 3).

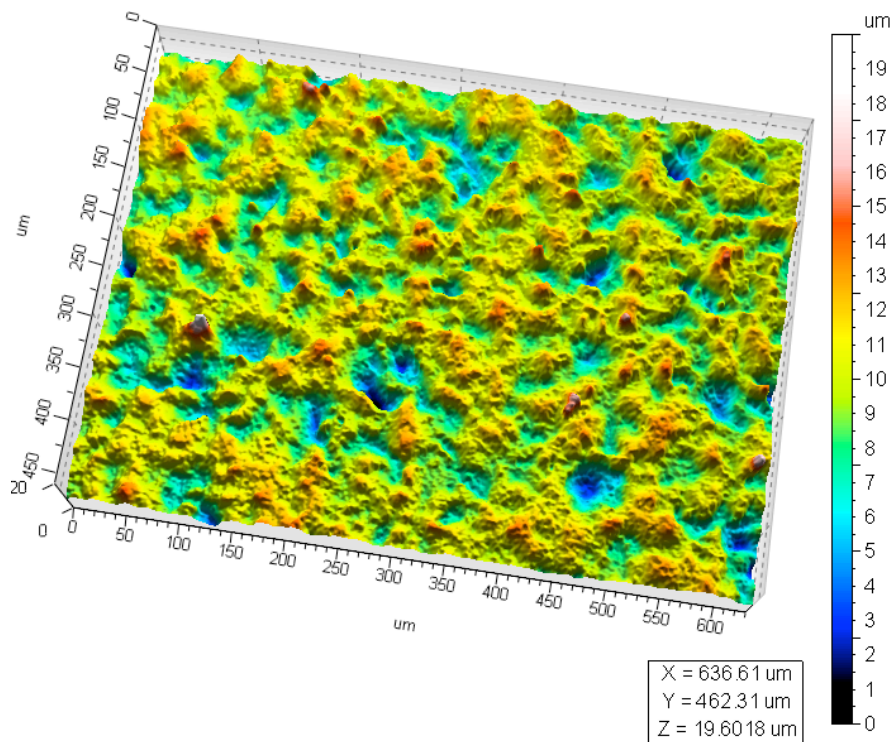


Fig. 16. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF 9.6% per 20 sec (GRUPPO 4).

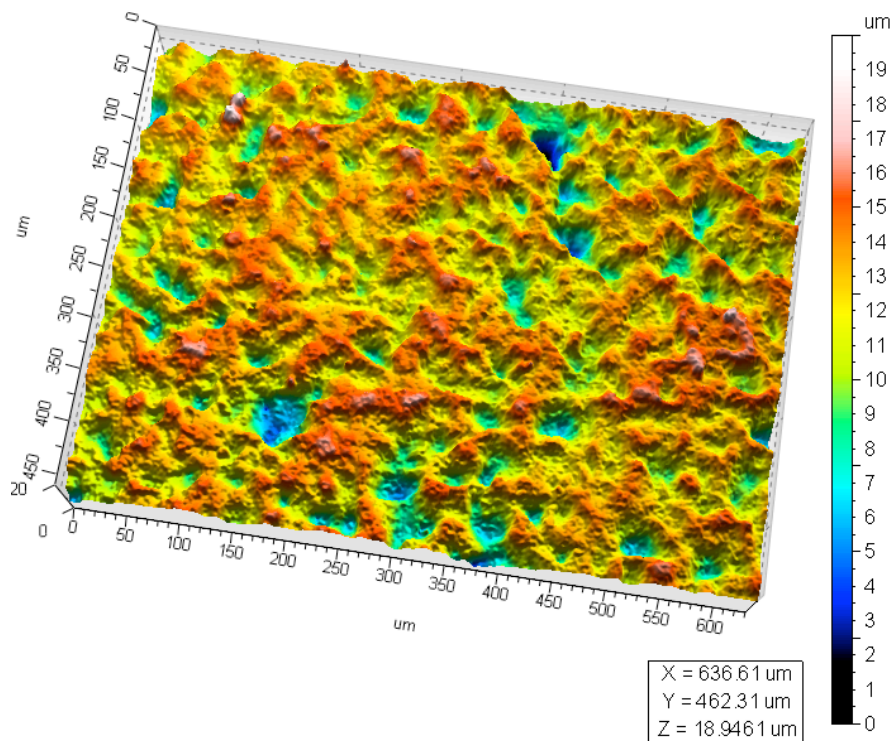


Fig. 17. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF 9.6% per 60 sec (GRUPPO 5).

4.2.1.4 Campioni IPS e.max[®] CAD lappati

Di seguito si riportano le immagini a tre dimensioni delle aree acquisite per ogni campione di IPS e.max[®] CAD lappato (Fig.18-22).

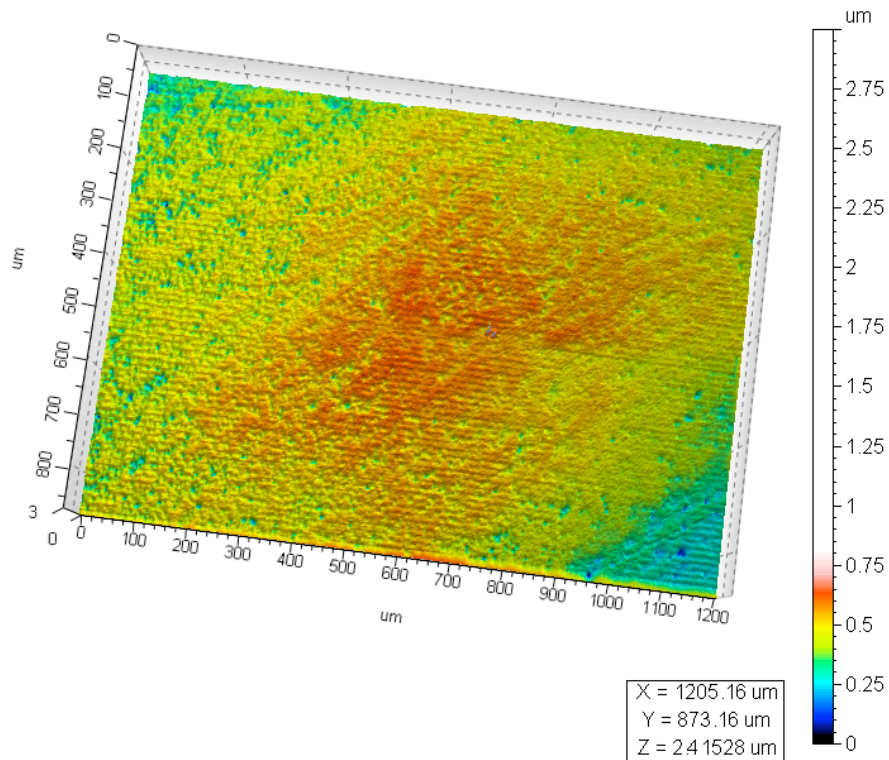


Fig. 18. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD lappato che non ha subito nessun trattamento superficiale (GRUPPO 1).

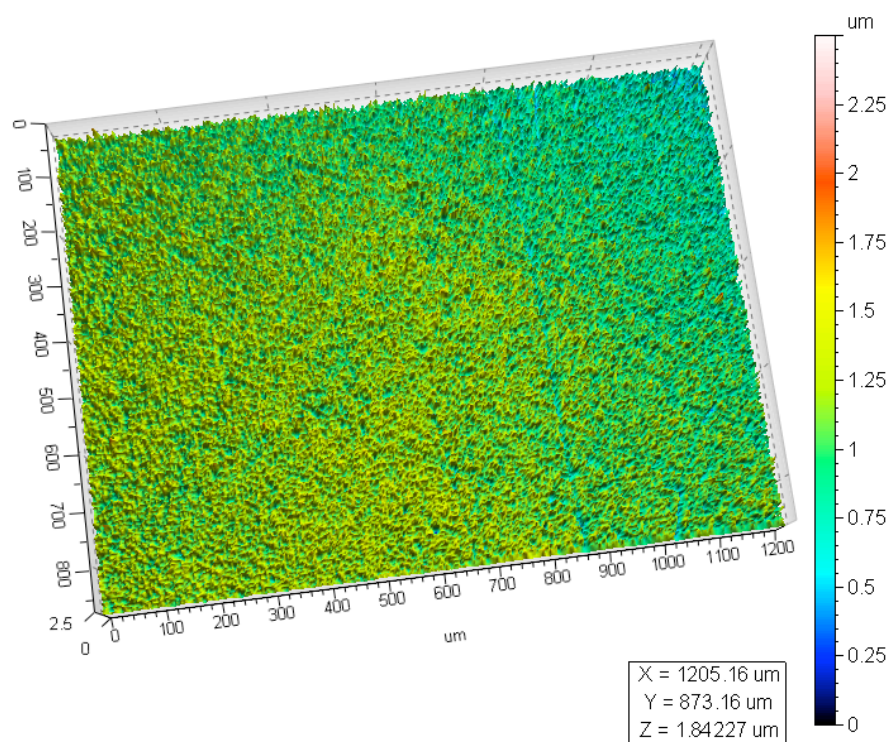


Fig. 19. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF 5% per 20 sec (GRUPPO 2).

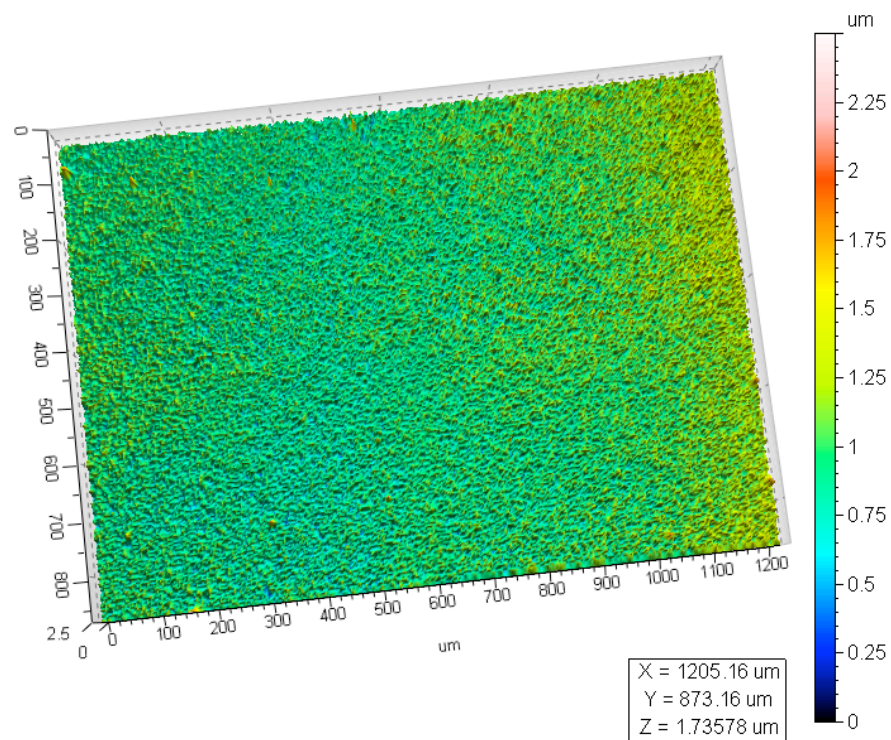


Fig. 20. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF 5% per 60 sec (GRUPPO 3)

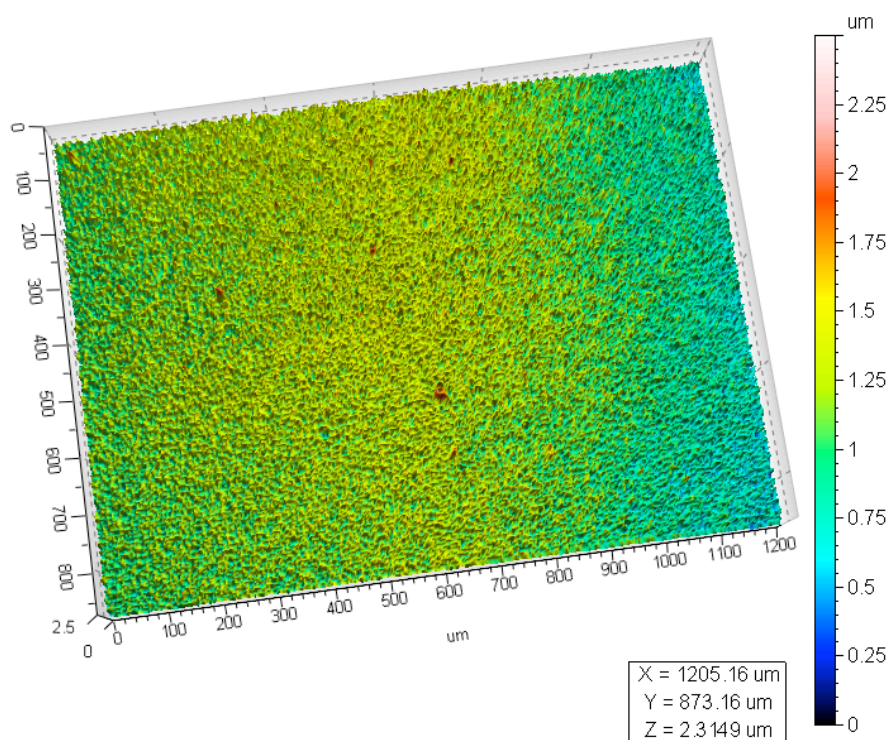


Fig. 21. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF 9.6% per 20 sec (GRUPPO 4).

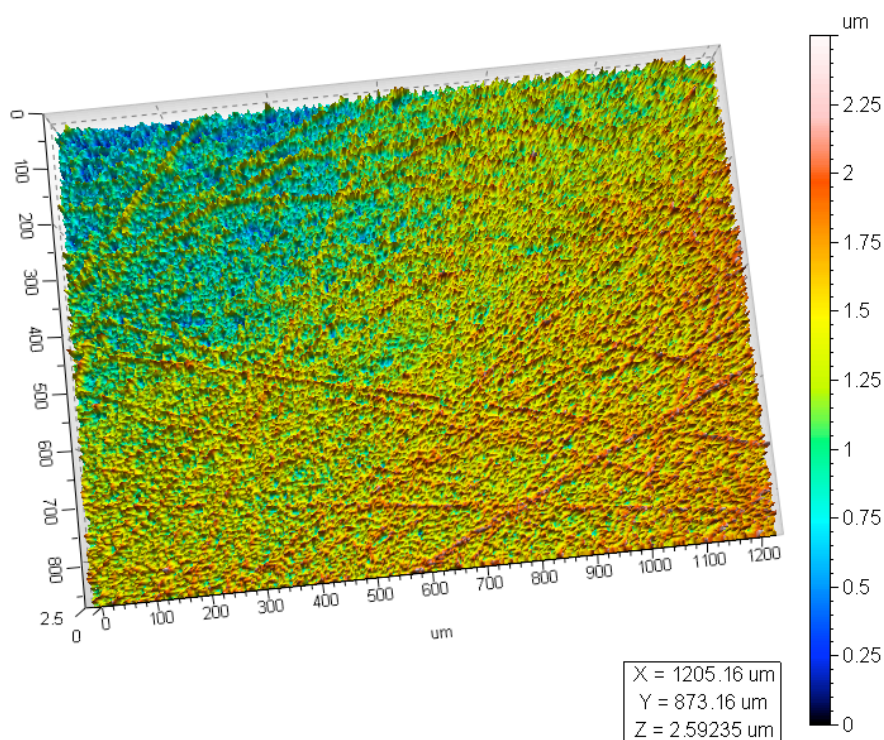


Fig. 22. Immagine 3D, a scala di colori in μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF 9.6% per 60 sec (GRUPPO 5). Da sottolineare come le striature che si apprezzano sul campione siano il frutto di una lappatura non omogenea e non il risultato dell'attacco acido.

Nell'ambito dei campioni non lappati e non trattati con HF, se si confrontano i campioni pressati con quelli CAD/CAM (figura 23 A-B, colonna di sinistra), si nota innanzitutto come i pressati abbiano uno sviluppo morfologico più “morbido”, con picchi e valli che si sviluppano in modo molto disomogeneo, mentre i campioni CAD/CAM presentano uno sviluppo morfologico più “denso”, con il succedersi di picchi e valli che conferiscono alla superficie una struttura più omogenea. Tale differenza è probabilmente dovuta alla diversità nella tecnica di fabbricazione delle due tipologie di disilicato: la lavorazione CAM dà una maggior omogeneità del campione rispetto alla tecnica di pressatura.

Inoltre, indipendentemente dal processo di fabbricazione, i campioni non trattati e i campioni che hanno subito il processo di lappatura presentano sostanziali differenze morfologiche come si può osservare nelle figure 23 A-B. Per prima cosa, come ci si può aspettare, si nota che l'ampiezza della morfologia superficiale dei campioni lappati si sviluppa in fasce molto differenti rispetto ai campioni non lappati: si passa infatti da una scala che va da 0 a 20 μm nei campioni non lappati, ad una da 0 a 2 μm in quelli lappati. Infine, si nota chiaramente che i campioni della colonna di destra mostrano un fondo piuttosto omogeneo e piatto, mentre quelli a sinistra, non lappati, mostrano delle protuberanze e degli avvallamenti che conferiscono alla superficie una certa strutturazione. Su una superficie di questo tipo, è difficile andare ad analizzare gli effetti del trattamento acido sulla rugosità: nei campioni trattati con HF infatti, si potrebbe assistere ad un fenomeno di diminuzione dei parametri di rugosità che descrivono l'ampiezza degli elementi dei profili, se si suppone che l'acido, nella sua azione di disgregazione della matrice vetrosa, vada ad abbassare o ammorbidire le asperità presenti sul campione.

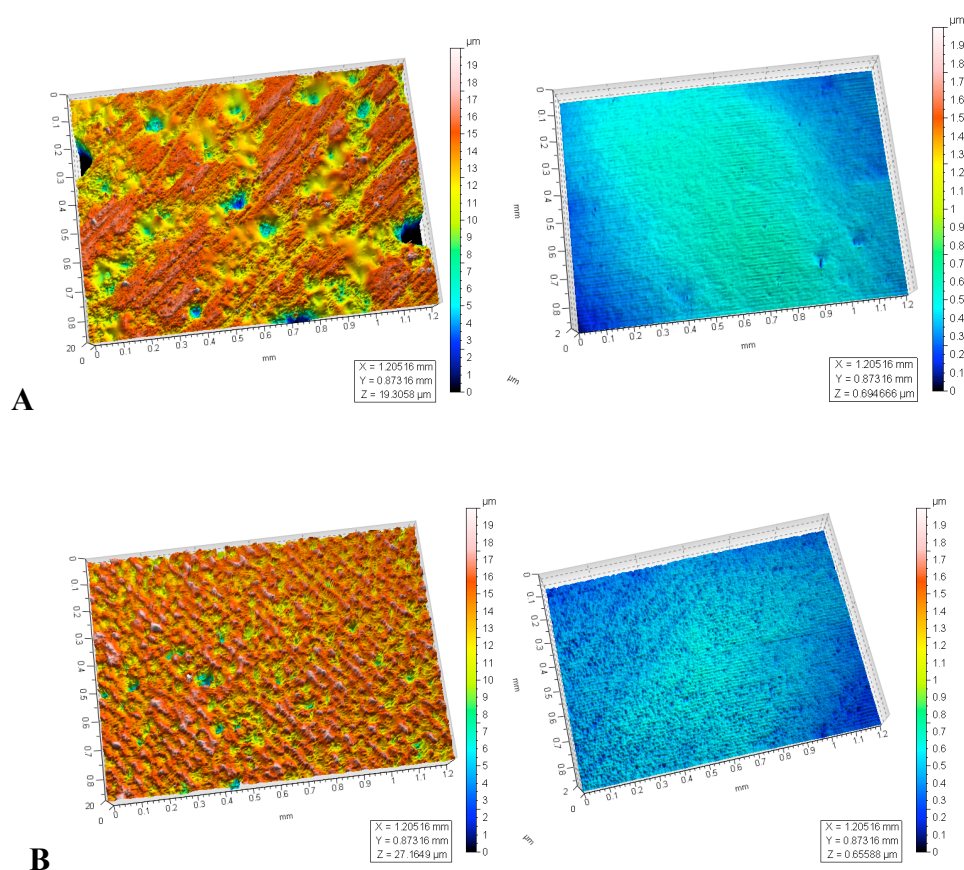
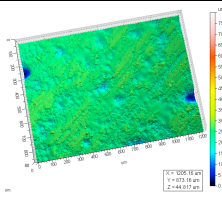
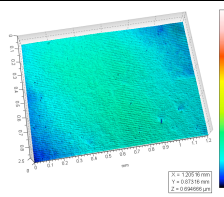
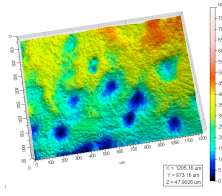
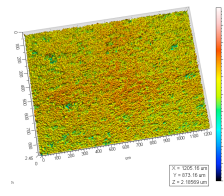
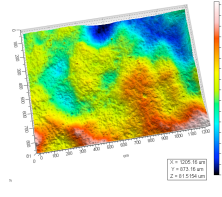
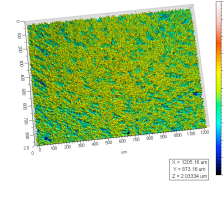
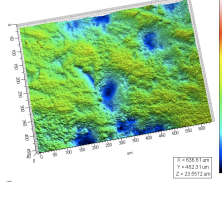
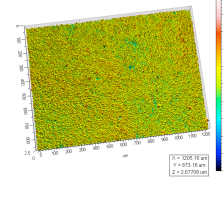
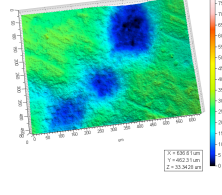
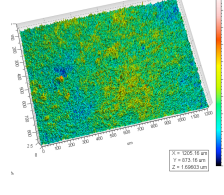


Fig. 23. **A-** A sinistra immagine 3D, in scala colori 20 μm , di un'area di un campione IPS e.max[®] Press che non ha subito nessun trattamento superficiale; a destra lo stesso campione dopo lappatura: la scala è di 2 μm ; **B-** a sinistra immagine in scala 20 μm di un'area di un campione IPS e.max[®] CAD che non ha subito nessun trattamento superficiale; a destra lo stesso campione dopo lappatura in scala 2 μm .

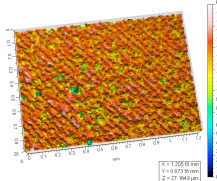
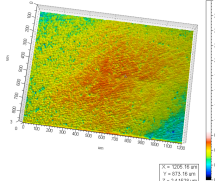
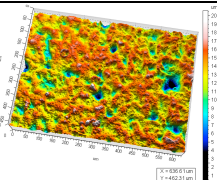
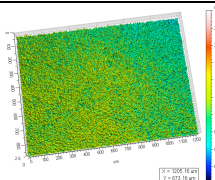
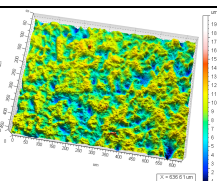
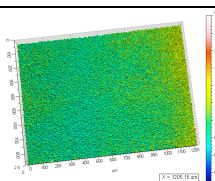
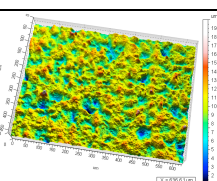
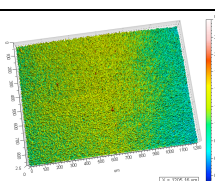
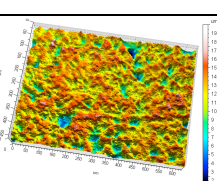
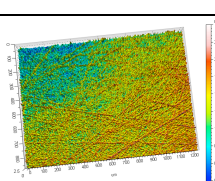
Di seguito si riportano le tabelle con i valori di S_a di tutti i campioni associati alle immagini (Tabella 1 e 2). [Si ricorda che S_a è definita dalla norma ISO 25178 come l'altezza media aritmetica della superficie.]

Se si osservano le immagini dei campioni lappati, sia pressati che CAD/CAM, si nota come le superfici dei campioni trattati con HF abbiano tra loro un aspetto simile: una serie di picchi e valli molto stretti, ravvicinati tra loro, e distribuiti uniformemente. Per quanto riguarda i campioni non lappati, l'attacco acido crea invece una superficie meno regolare, di aspetto smerigliato, con picchi e valli che paiono più morbidi e non distribuiti in maniera uniforme. In questi campioni, si noti come i valori di S_a non aumentino in maniera proporzionale all'aumento dell'aggressività dell'acido.

Nelle tabelle 3 e 4 sono riportati i valori di rugosità superficiale espressi in R_a ottenuti dall'acquisizione dei profili (parametri bidimensionali). [Si ricorda che R_a è definito dalla norma ISO 4287 come lo scostamento medio aritmetico del profilo].

	IPS e.max [®] PRESS NON lappati	IPS e.max [®] PRESS lappati
NT	 3.55	 0.056
HF 5% 20 sec	 5.22	 0.142
HF 5% 60 sec	 9.11	 0.200
HF 9.6% 20 sec	 3.20	 0.142
HF 9.6% 60 sec	 4.30	 0.186

Tab.1. Valori medi di S_a espressi in μm rilevati in cinque aree di ogni campione IPS e.max[®] PRESS e relative immagini.

	IPS e.max [®] CAD NON lappati	IPS e.max [®] CAD lappati
NT	 1.500	 0.063
HF 5% 20 sec	 1.474	 0.130
HF 5% 60 sec	 1.572	 0.161
HF 9.6% 20 sec	 1.483	 0.162
HF 9.6% 60 sec	 1.676	 0.200

Tab.2. Valori medi di S_a espressi in μm rilevati in cinque aree di ogni campione IPS e.max[®] CAD e relative immagini.

	IPS e.max [®] CAD NON lappati		IPS e.max [®] CAD lappati	
	MEDIA	DS	MEDIA	DS
NT	1.43	0.05	0.03	0.004
HF 5% 20 sec	1.29	0.04	0.16	0.005
HF 5% 60 sec	1.36	0.09	0.17	0.003
HF 9.6% 20 sec	1.43	0.04	0.18	0.001
HF 9.6% 60 sec	1.48	0.1	0.24	0.005

Tab.3. Valori medi e deviazione standard di R_a espressi in μm rilevati lungo 4 diametri di 12 mm di ogni campione IPS e.max[®] CAD.

	IPS e.max [®] Press NON lappati		IPS e.max [®] Press lappati	
	MEDIA	DS	MEDIA	DS
NT	2.39	0.33	0.03	0.01
HF 5% 20 sec	3.49	0.83	0.14	0.006
HF 5% 60 sec	5.64	0.13	0.24	0.01
HF 9.6% 20 sec	2.75	0.05	0.20	0.01
HF 9.6% 60 sec	2.80	0.26	0.24	0.01

Tab.4. Valori medi e deviazione standard di R_a espressi in μm rilevati lungo 4 diametri di 12 mm di ogni campione IPS e.max[®] Press.

4.2.2 Analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM)

L'analisi è stata eseguita ponendo attenzione alle variazioni microstrutturali indotte dagli attacchi acidi sui diversi campioni.

4.2.2.1 Campioni IPS e.max[®] Press NON lappati

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato su cui non è stato effettuato nessun trattamento (GRUPPO 1).

La superficie del campione appare compatta e vetrificata; sono presenti sulla superficie alcuni detriti vetrosi indicati dalla freccia.

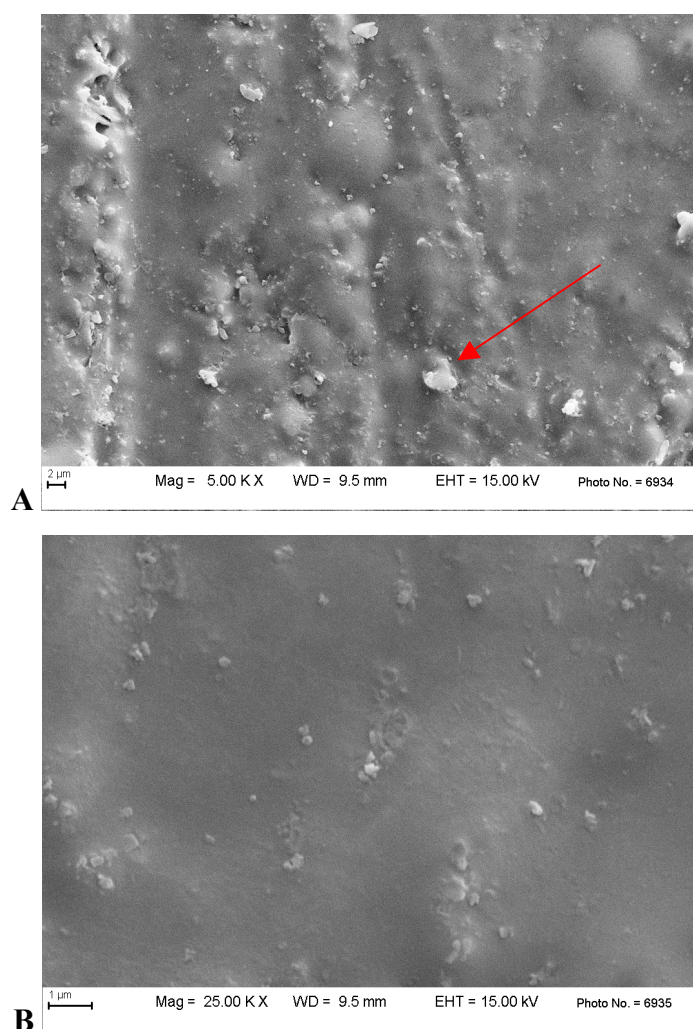


Fig. 24 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato NON trattato.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi (GRUPPO 2).

Il campione è costituito in maggioranza da cristalli di disilicato a bacchetta di circa 3 μm di lunghezza in accordo con quanto dichiarato dai dati forniti dalla casa produttrice. Il trattamento con HF ha corrosso la fase vetrosa e comincia ad esporre i cristalli. Si evidenzia la presenza di avvallamenti (particolare indicato dalla freccia in figura 25 A) e microporosità di forma rotondeggiante uniformemente distribuite su tutta l'area del campione.

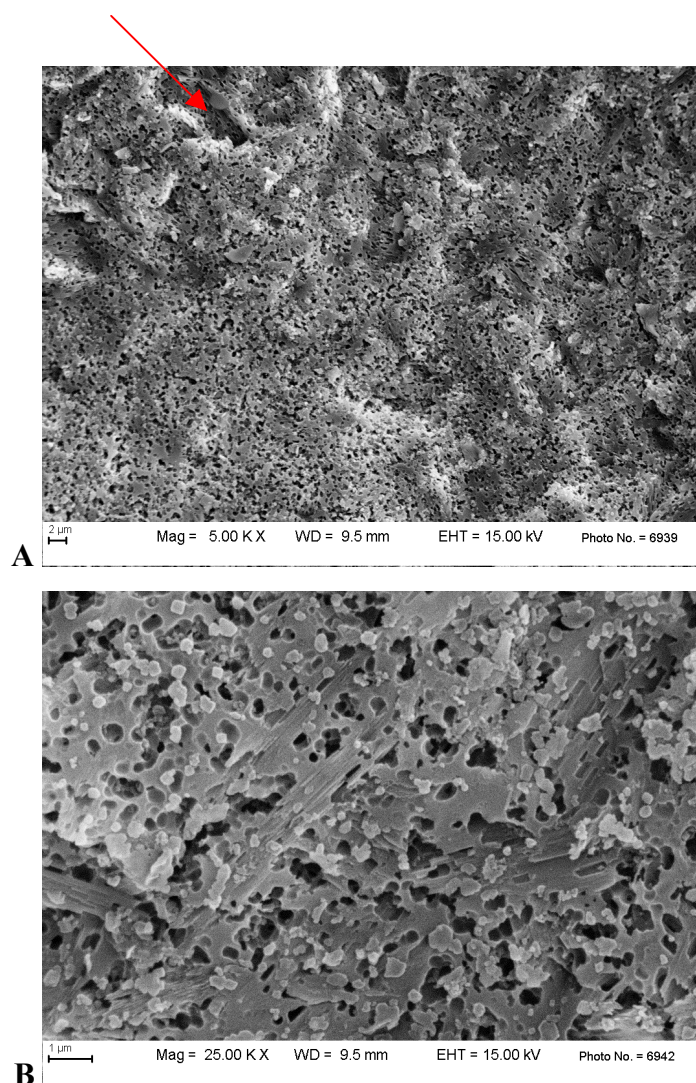


Fig. 25 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi (GRUPPO 3).

In queste immagini si nota come l'attacco acido abbia esposto maggiormente i cristalli rispetto al trattamento precedente; lo spazio tra un cristallo e l'altro era occupato da matrice vetrosa ora disciolta.

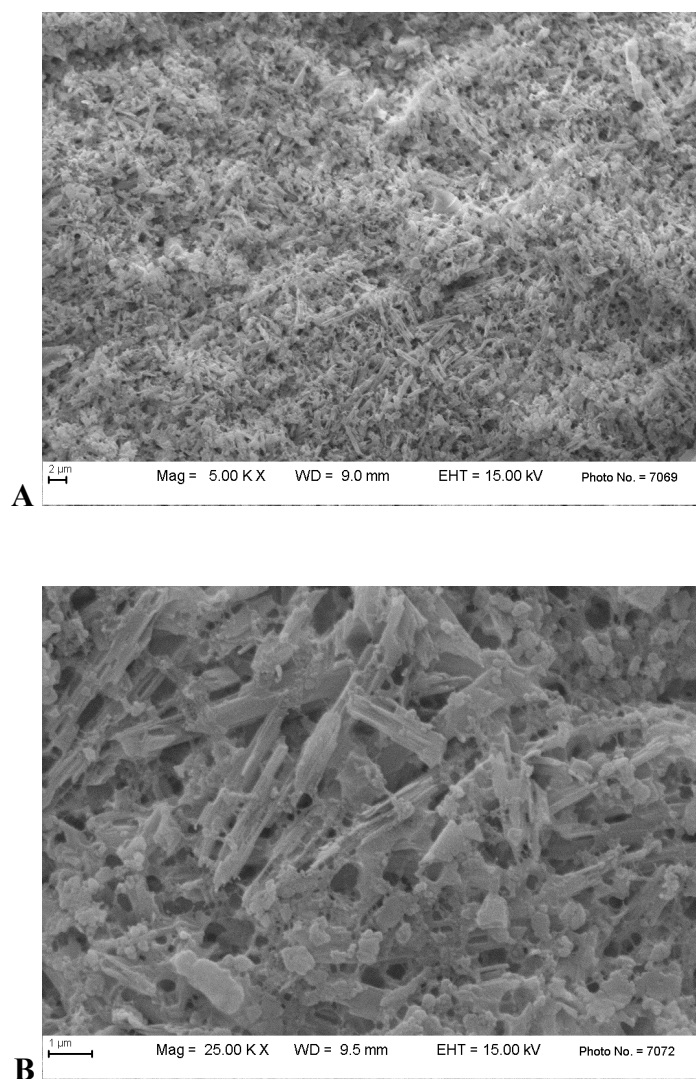


Fig. 26 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi (GRUPPO 4).

In questo campione si può notare come l'effetto dell'acido, analogamente a quanto si è notato nel campione del gruppo 2, abbia dissolto quasi completamente la parte vetrosa, ma non abbia ancora completamente esposto i cristalli.

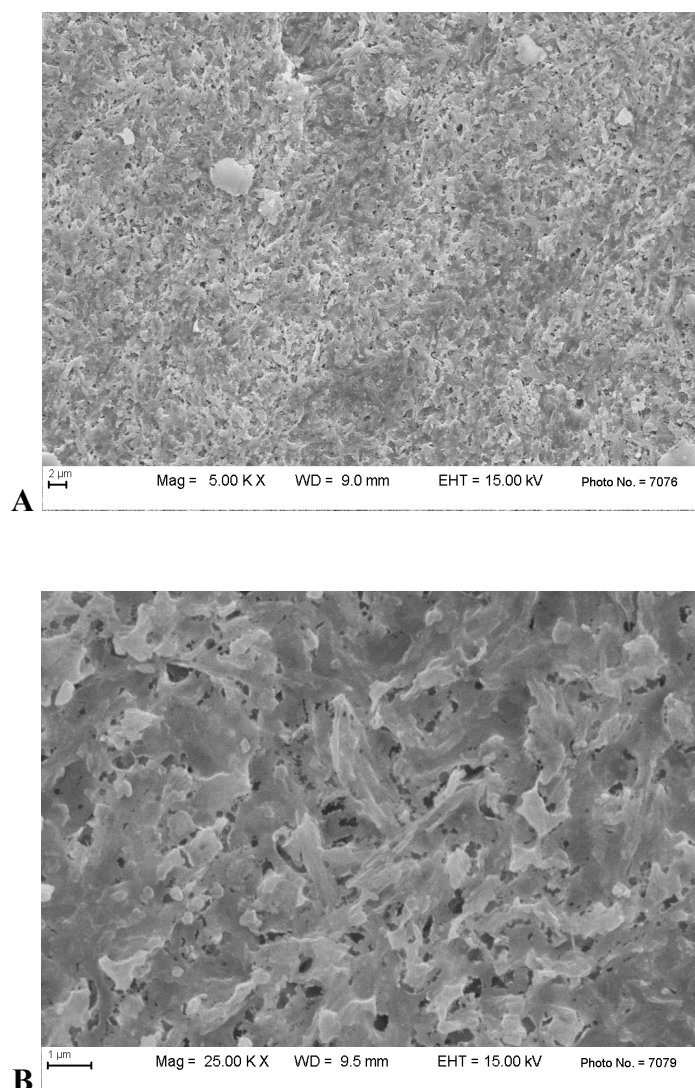


Fig. 27 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi (GRUPPO 5).

In queste immagini, i cristalli, completamente esposti cominciano ad essere anch'essi attaccati dall'acido.

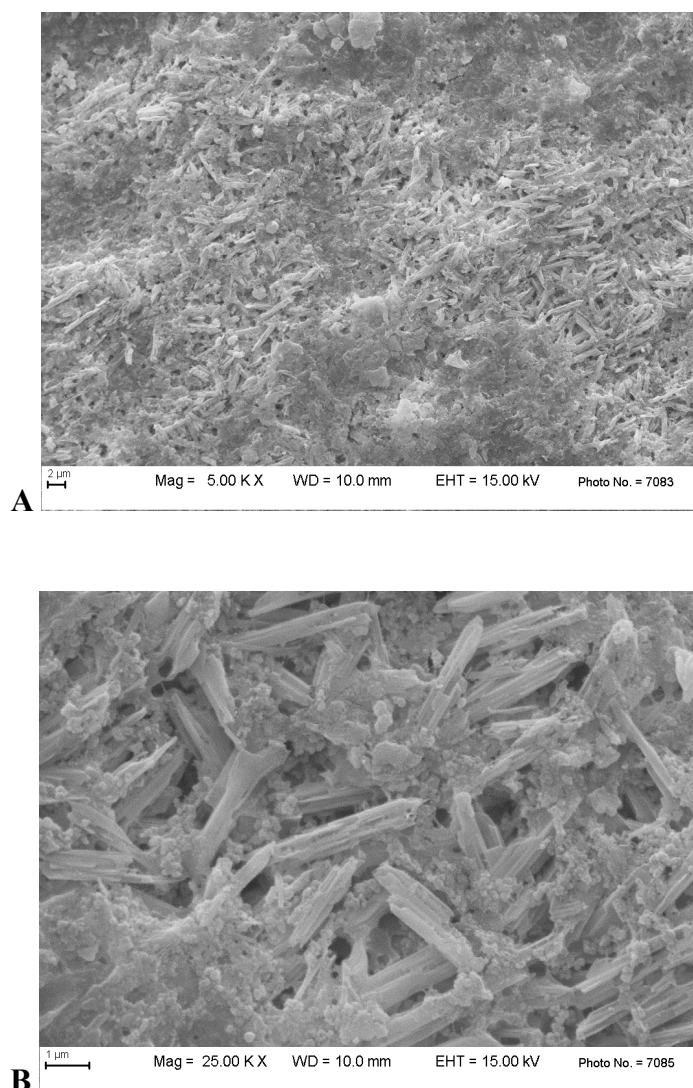


Fig. 28 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press NON lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi.

4.2.2.2 Campioni IPS e.max[®] Press lappati

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press lappato NON trattato (GRUPPO 1).

La superficie appare liscia e compatta.

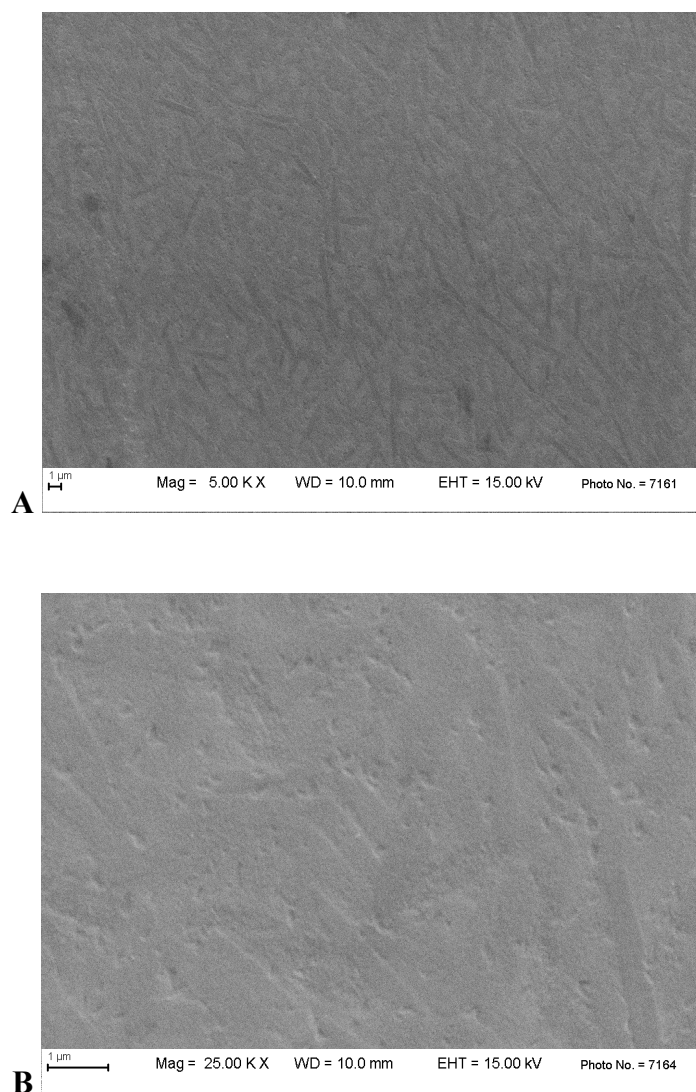


Fig. 29 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press lappato NON trattato.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi (GRUPPO 2).

Si evidenziano i cristalli esposti dall'acido; tra un cristallo e l'altro i vuoti lasciati dalla matrice vetrosa. I cristalli appaiono interconnessi tra loro.

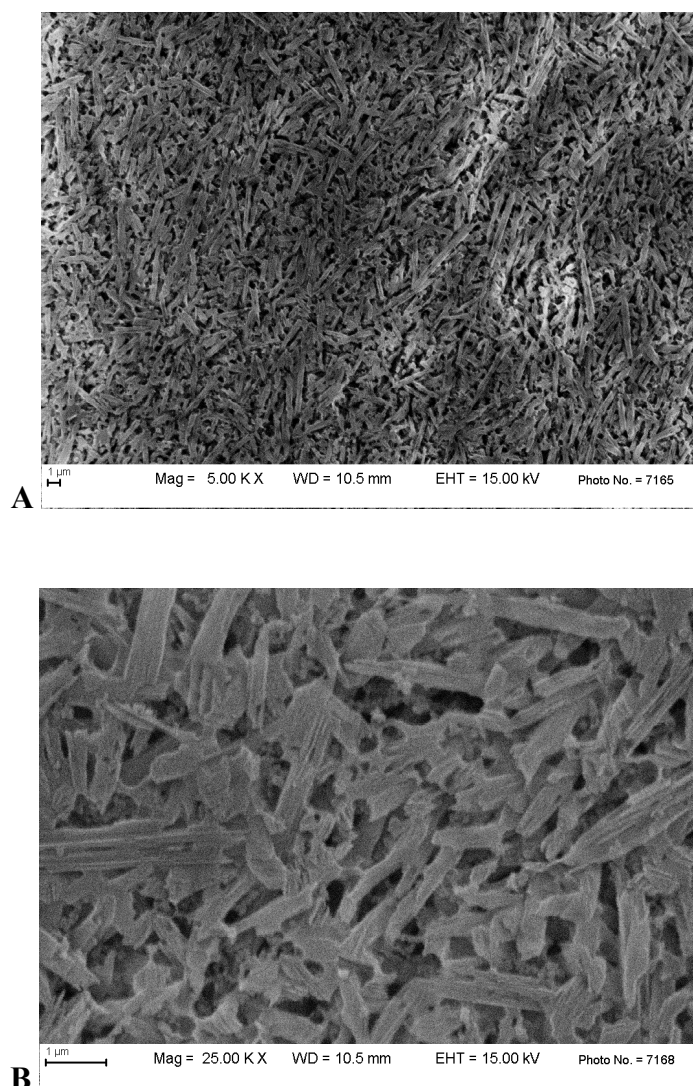


Fig. 30 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi (GRUPPO 3).

In questo campione i cristalli esposti dall'acido appaiono ancora più definiti rispetto a quelli del campione precedente; osservando l'immagine a basso ingrandimento si nota come i cristalli abbiano una disposizione uniforme su tutta la superficie.

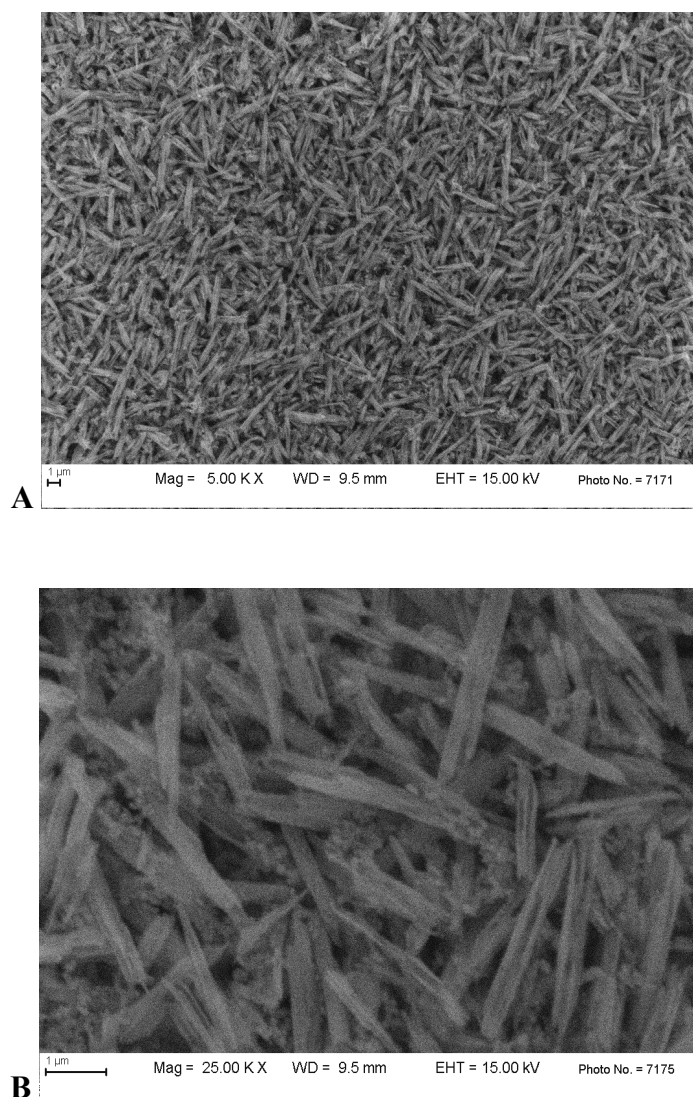


Fig. 31 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi (GRUPPO 4).

Se si osserva l'immagine a basso ingrandimento non si notano grandi differenze rispetto a quella del campione del GRUPPO 3, ma a maggior ingrandimento si nota come i cristalli comincino ad essere anch'essi disgregati dall'attacco dell'acido: i bordi appaiono irregolari.

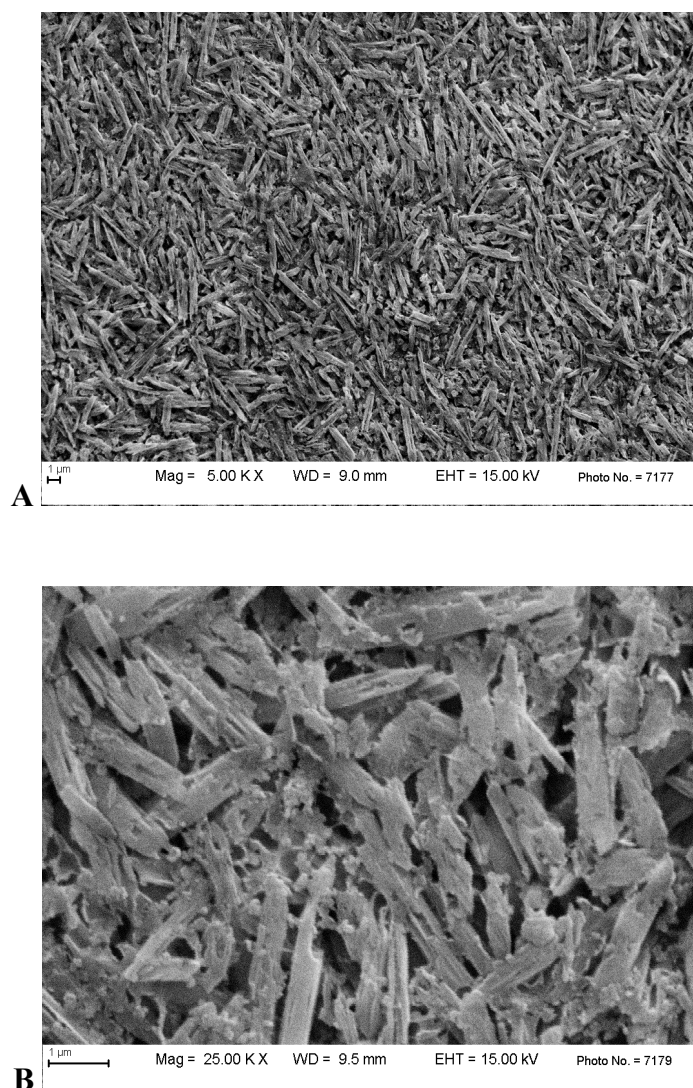


Fig. 32 A-B: Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi (GRUPPO 5).

Dall'immagine ad alto ingrandimento si nota come l'attacco acido al 9.6% per un minuto abbia notevolmente disgregato i cristalli di disilicato.

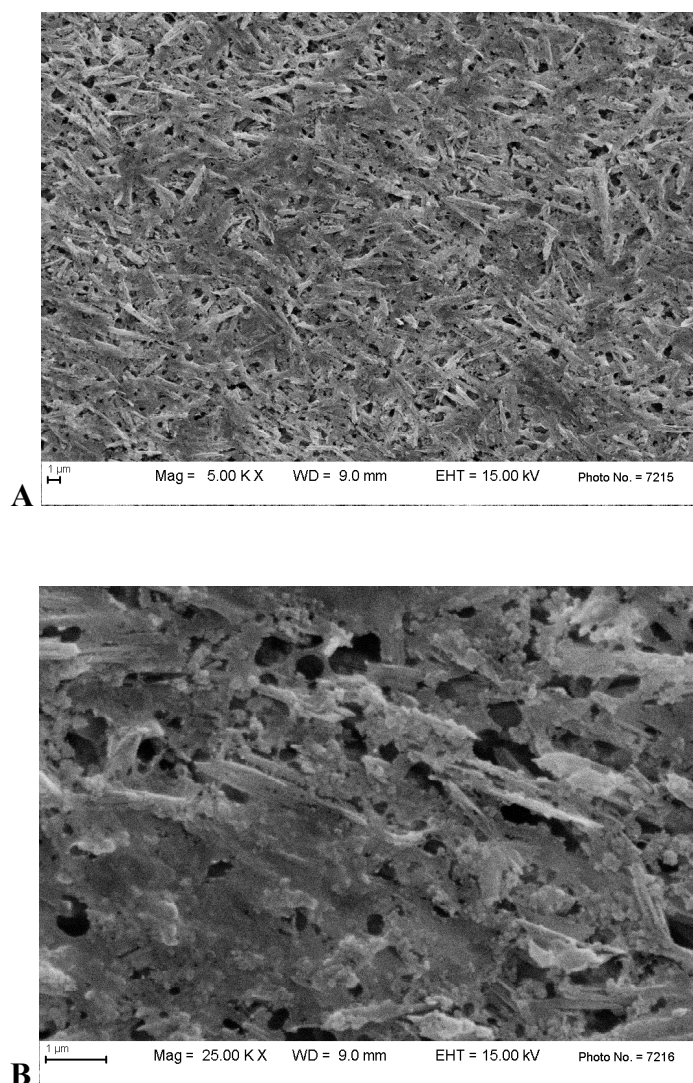


Fig. 33 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] Press lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi.

4.2.2.3 Campioni IPS e.max[®] CAD NON lappati

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato NON trattato (GRUPPO 1).

Il campione non lappato presenta di per sé alcune irregolarità e difetti come indicato dalla freccia; nel complesso la superficie appare vetrificata.

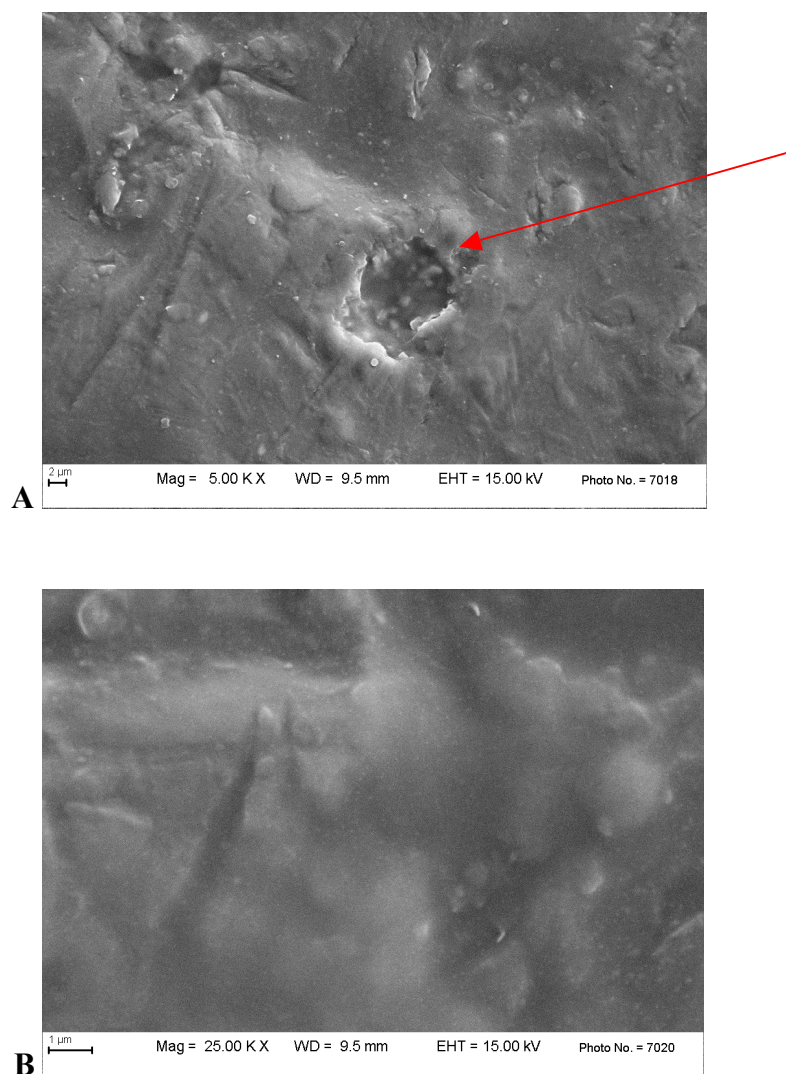


Fig. 34 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato NON trattato.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi (GRUPPO 2).

Si nota come l'acido cominci ad esporre i cristalli, ma la superficie non appare uniforme. Si evidenzia la presenza di alcune porosità di forma rotondeggiante. In questa tipologia di campioni, il disilicato non si presenta con cristalli aghiformi, ma sottoforma di cristalli a foglietti. Inoltre si osserva sulla superficie la presenza di alcuni cristalli di ortofosfato di litio indicati dalla freccia in figura 35B.

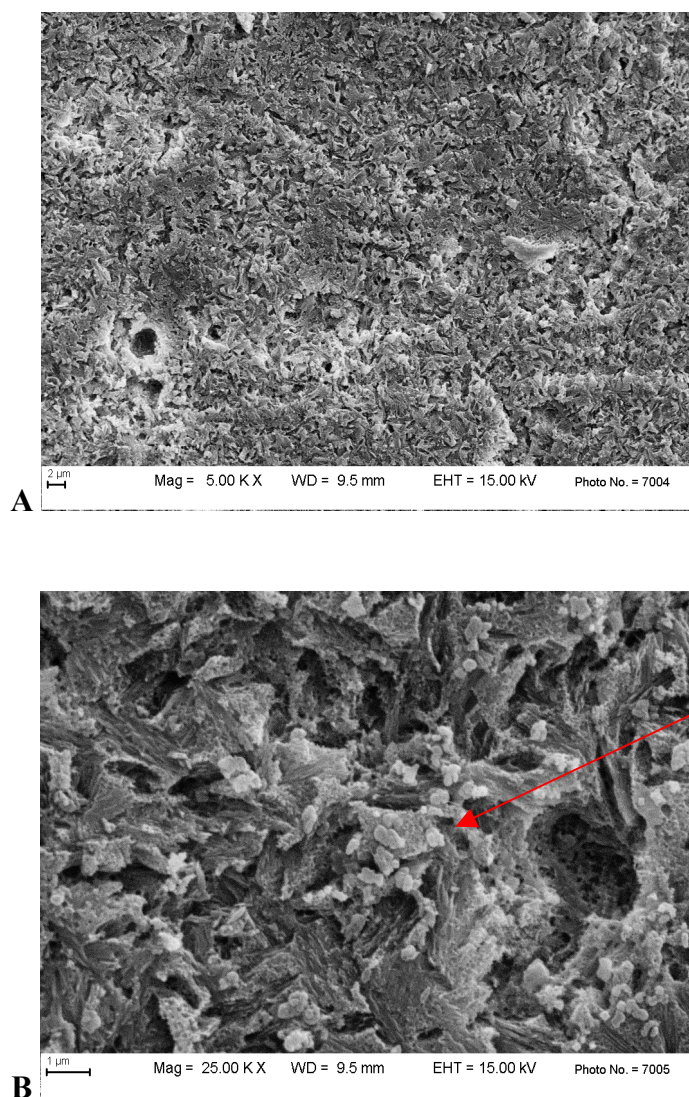


Fig. 35 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi (GRUPPO 3).

La matrice vetrosa è stata disciolta dall'acido; sono esposti i cristalli che non hanno una forma allungata come nei campioni di IPS e.max[®] Press, ma piuttosto rotondeggiante.

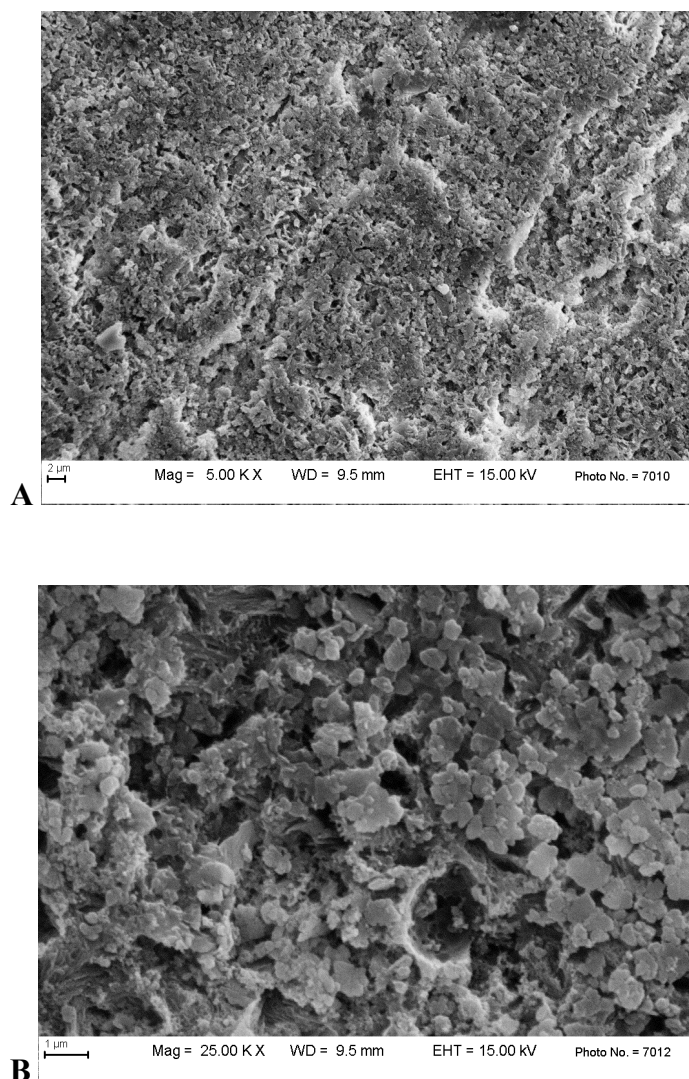


Fig. 36 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi (GRUPPO 4). Queste immagini sono paragonabili a quelle precedenti (fig.32).

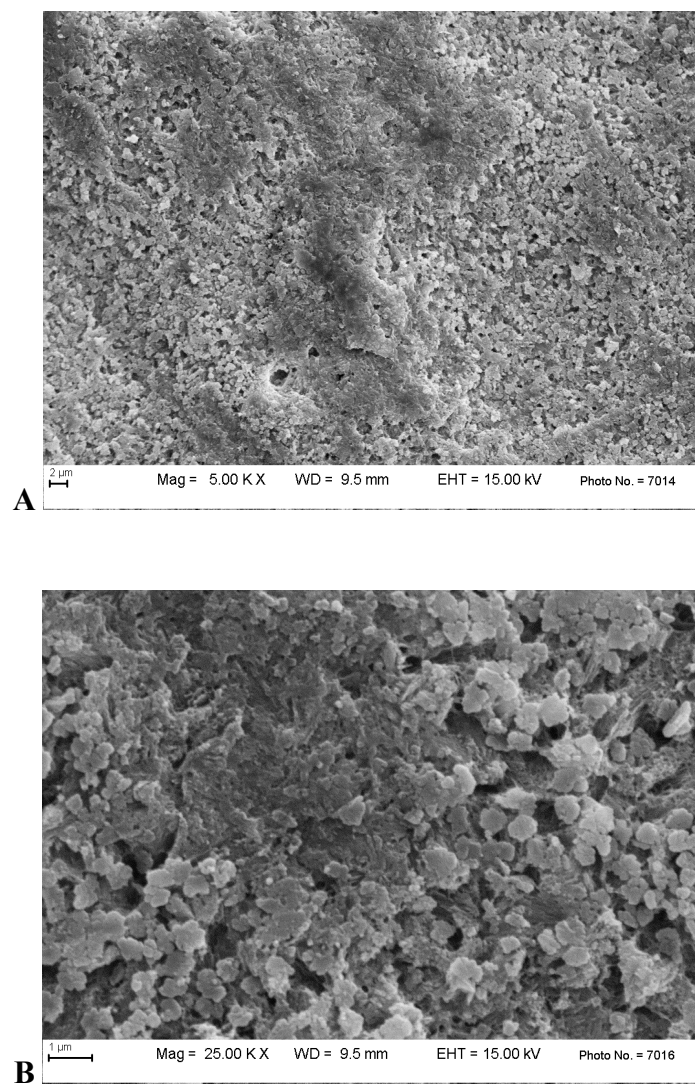


Fig. 37 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi (GRUPPO 5).

La matrice vetrosa è stata disciolta e cristalli appaiono anch'essi attaccati dall'acido.

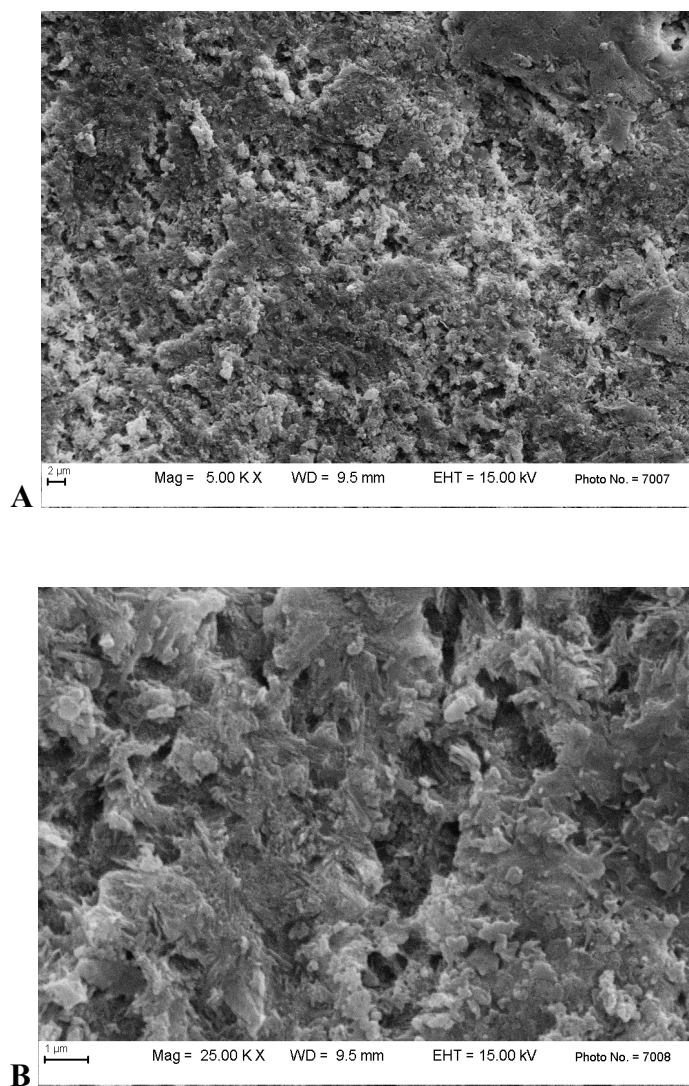


Fig. 38 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD NON lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi.

4.2.2.4 Campioni IPS e.max[®] CAD lappati

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD lappato NON trattato (GRUPPO 1).

La superficie appare uniforme e vetrificata.

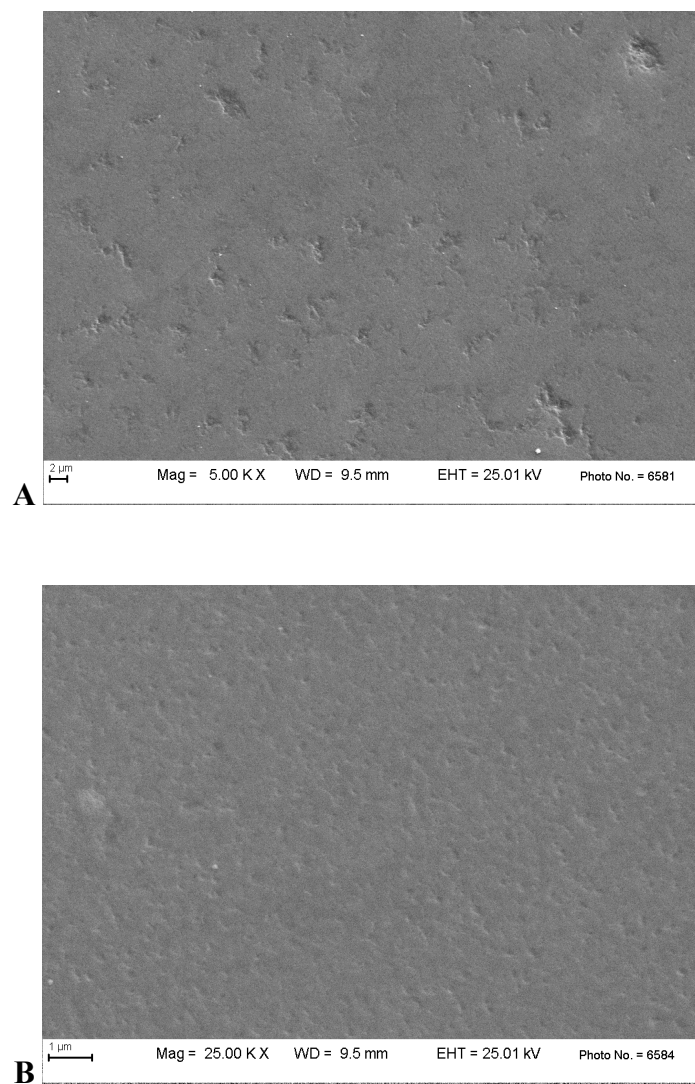


Fig. 39 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD lappato NON trattato.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi (GRUPPO 2).

La superficie, nel complesso uniforme, mostra come l'acido abbia iniziato a disciogliere la matrice vetrosa e ad esporre i cristalli che appaiono comunque di forma differente rispetto a quelli del materiale pressato.

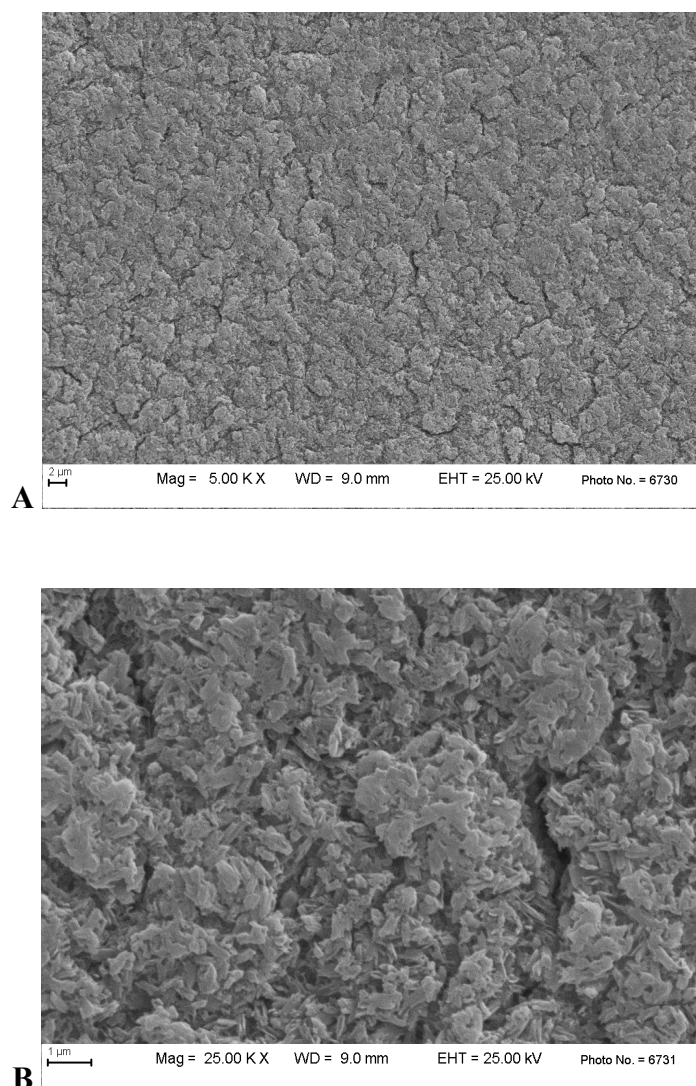


Fig. 40 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 5% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi (GRUPPO 3).

In questo campione l'acido ha uniformemente e completamente disciolto la matrice vetrosa esponendo tutti i cristalli che appaiono interconnessi. Si noti come i cristalli di disilicato siano di dimensioni inferiori rispetto a quelle dei campioni pressati in accordo con quanto dichiarato dalla casa produttrice.

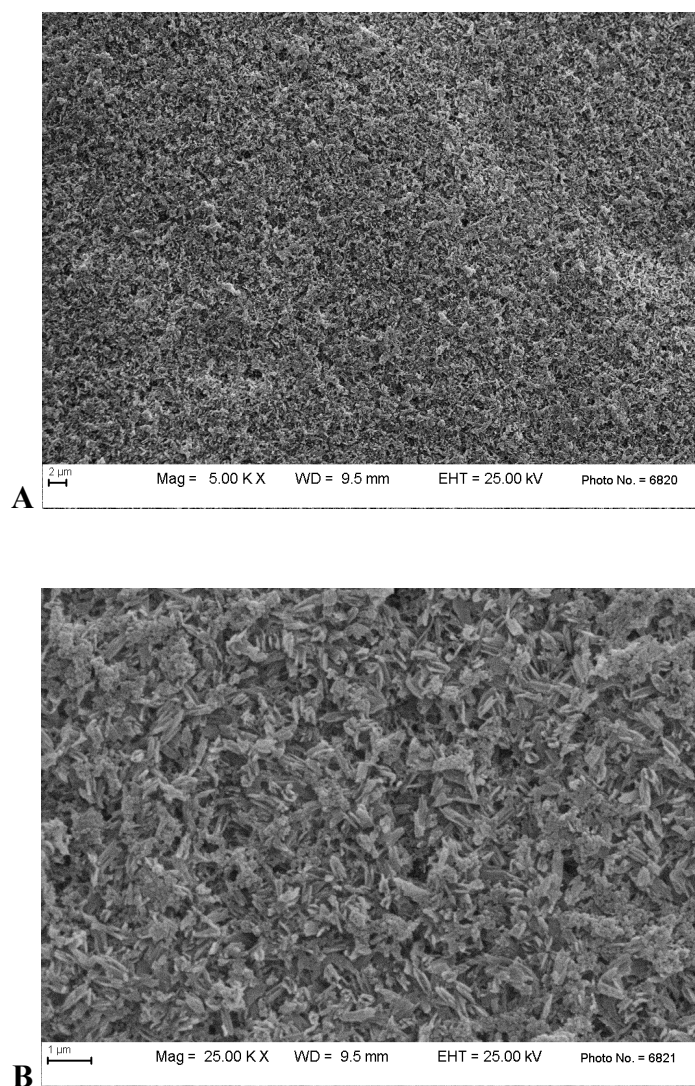


Fig. 41 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 5% per 60 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi (GRUPPO 4).

Queste immagini, se paragonate a quelle della figura 37, sembrano confermare l'ipotesi che aumentando la concentrazione dell'acido anche i cristalli vengano parzialmente attaccati.

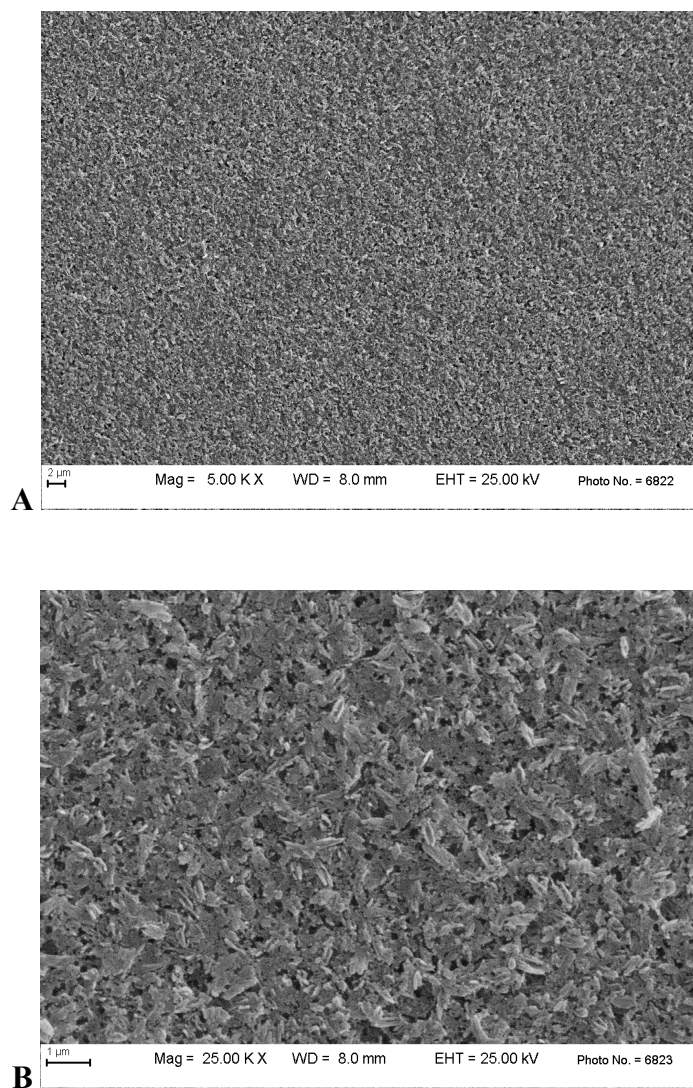


Fig. 42 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 9.6% per 20 secondi.

Di seguito si riportano le immagini al SEM a diversi ingrandimenti di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi (GRUPPO 5).

Si nota che l'acido non agisce solo superficialmente, ma inizia a penetrare più in profondità lasciando il campione particolarmente poroso.

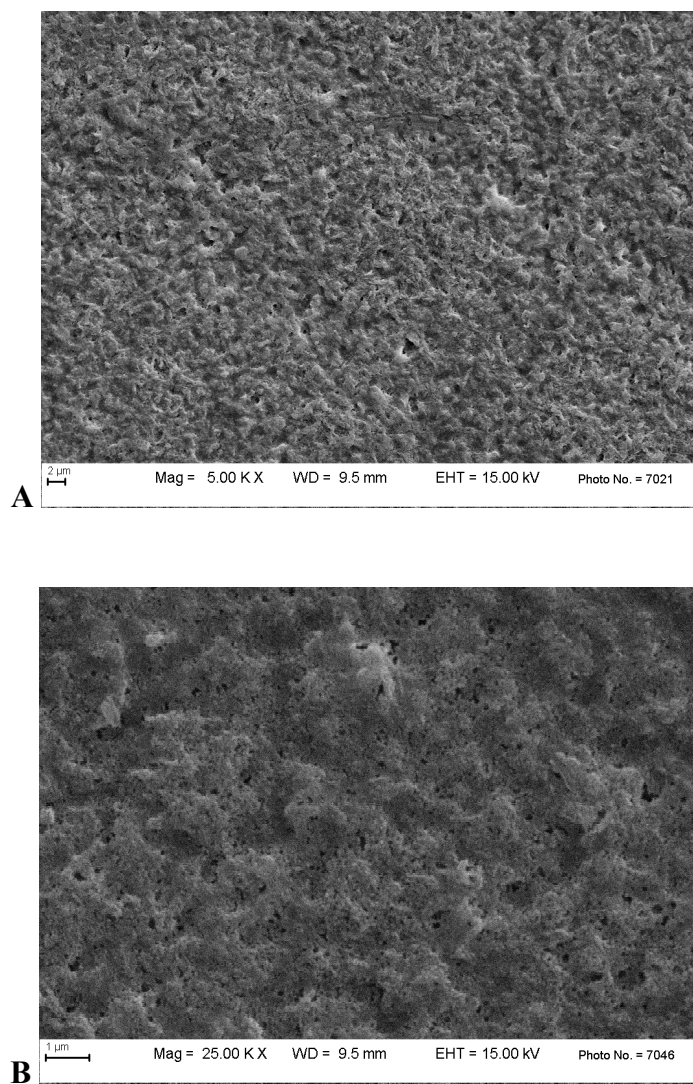


Fig. 43 A-B. Immagini al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD lappato trattato con HF al 9.6% per 60 secondi.

4.3 Effetti del trattamento acido sull'adesione

4.3.1 Shear Bond Strength Test

I valori medi di adesione per IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD sono riportati nella tabella 3.

Come mostrato nella tabella 4, i valori di adesione in entrambi i materiali risultano significativamente superiori per i trattamenti con HF al 5% rispetto a quelli con HF al 9.6%.

Se si confrontano poi i due materiali tra loro (tabella 5), emerge come i valori medi di adesione per IPS e.max[®] CAD (14,97 MPa) siano significativamente superiori ai valori di adesione di IPS e.max[®] Press (10,15 MPa). A influire su tale differenza non sono però i diversi trattamenti superficiali, ma il tipo di materiale.

Se invece consideriamo i materiali singolarmente, per quanto riguarda IPS e.max[®] CAD, la tabella 6 mostra come i trattamenti influenzino significativamente i livelli di adesione: il test di Scheffé nella tabella 7 rivela come il trattamento con HF 5% per 20 secondi dia valori di adesione ($21,28 \pm 4,9$ MPa) significativamente superiori a tutti gli altri trattamenti tranne a quello con HF 5% per 60 secondi ($19,55 \pm 5,41$ MPa) rispetto al quale non c'è differenza statisticamente significativa.

Anche per quanto riguarda IPS e.max[®] Press, i trattamenti hanno un'influenza significativa sull'adesione (tabella 8): il test di Scheffé riportato nella tabella 9 indica che il trattamento con HF al 5% per 60 secondi dà valori di adesione ($16,80 \pm 3,96$ MPa) significativamente superiori a tutti gli altri trattamenti.

Materiale	Media	Errore Standard	Intervallo di confidenza 95%	
			Limite inferiore	Limite superiore
IPS e.max[®] Press	10,159	,618	8,608	11,061
IPS e.max[®] CAD	14,970	,576	13,828	16,113

Tab. 3. Valori medi di adesione espressi in MPa e intervalli di confidenza al 95% di IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD.

Materiale	Trattamenti	Media	DS
IPS e.max[®] Press	NT	7,6789	2,85917
	HF 5% 20 sec	10,0470	4,37000
	HF 5% 60 sec	16,8053	3,96248
	HF 9.6% 20 sec	6,9861	1,67269
	HF 9.6% 60 sec	7,6558	2,13587
	Totale	10,1590	4,92503
IPS e.max[®] CAD	NT	12,7629	3,98552
	HF 5% 20 sec	21,2804	4,90108
	HF 5% 60 sec	19,5571	5,41178
	HF 9.6% 20 sec	9,3252	5,83688
	HF 9.6% 60 sec	11,9258	6,02602
	Totale	14,9703	6,91067

Tab. 4. Valori medi di adesione in MPa dei singoli trattamenti in entrambi i materiali.

Sorgente	F	Sig.
Materiale	9,786	,035
Trattamenti	5,562	,063
Materiale * Trattamenti	3,784	,007

Tab. 5. Confronto tra IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD.

ANOVA univariata					
	Somma dei quadrati	df	Media dei quadrati	F	Sig.
Fra trattamenti	1282,364	4	320,591	11,485	,000
Entro trattamenti	1535,320	55	27,915		
Totale	2817,684	59			

Tab. 6. influenza dei trattamenti superficiali sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] CAD.

	HF 5% 20 sec	HF 5% 60 sec	HF 9.6% 20 sec	HF 9.6% 60 sec
NT	,007	,054	,640	,997
HF 5% 20 sec	-	,958	,000	,002
HF 5% 60 sec		-	,001	,022
HF 9.6% 20 sec			-	,834
HF 9.6% 60 sec				-

Tab. 7. Influenza dei diversi trattamenti sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] CAD (test di Scheffé).

Kruskal Wallis*	
Chi-quadrato	24,772
df	4
Sig. Asint.	,000
* Variabile di raggruppamento: Trattamenti	

Tab 8. Influenza dei trattamenti superficiali sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] Press.

	HF 5% 20 sec	HF 5% 60 sec	HF 9.6% 20 sec	HF 9.6% 60 sec
NT	,616	,000	,995	1,000
HF 5% 20 sec	-	,000	,358	,555
HF 5% 60 sec		-	,000	,000
HF 9.6% 20 sec			-	,995
HF 9.6% 60 sec				-

Tab. 9. Influenza dei diversi trattamenti sull'adesione nei campioni IPS e.max[®] Press (test di Scheffé).

4.3.2 Analisi frattografica

Di seguito si riporta il numero dei campioni per tipologia di frattura (tabelle 10 e 11); si consideri che F1 sono le fratture di tipo adesivo, F2a le fratture coesive nel disilicato, F2b le fratture coesive nel composito, F3a quelle miste adesive e coesive nel disilicato e F3b miste adesive e coesive nel composito.

	NT	HF 5% 20 sec	HF 5% 60 sec	HF 9.6% 20 sec	HF 9.6% 60 sec
F 1	9	-	-	7	1
F 2a	-	-	-	-	-
F 2b	-	-	-	-	-
F 3a	-	1	2	-	-
F 3b	3	11	10	5	6

Tab.10. Tipi di frattura subiti dai campioni IPS e.max[®] Press.

	NT	HF 5% 20 sec	HF 5% 60 sec	HF 9.6% 20 sec	HF 9.6% 60 sec
F 1	7	-	-	6	6
F 2a	-	2	-	1	1
F 2b	-	-	-	-	-
F 3a	-	-	4	-	-
F 3b	5	10	8	5	5

Tab.11. Tipi di frattura subiti dai campioni IPS e.max[®] CAD.

Di seguito si riportano alcune immagini delle superfici dei campioni di disilicato dopo SBS test rappresentative dei diversi tipi di frattura.

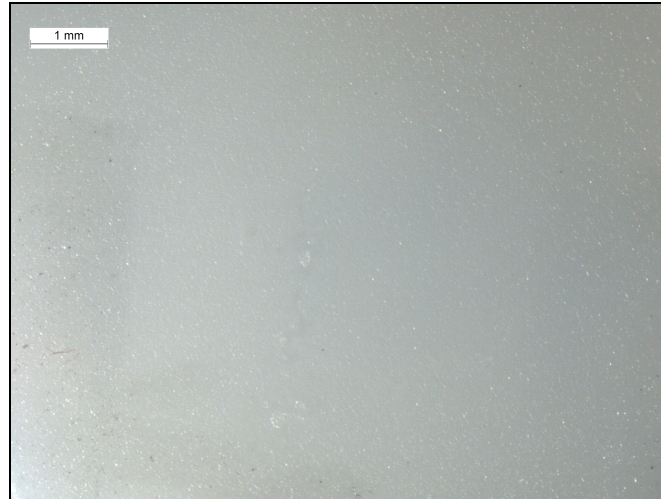


Fig.44. Frattura adesiva (F1).

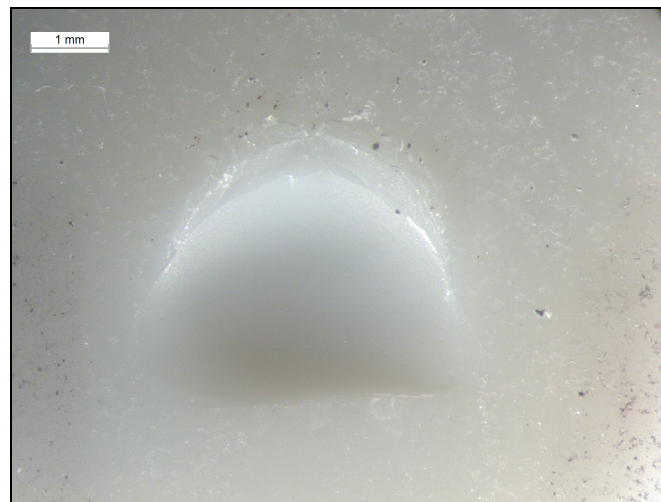


Fig. 45. Frattura coesiva nel disilicato (F2A).

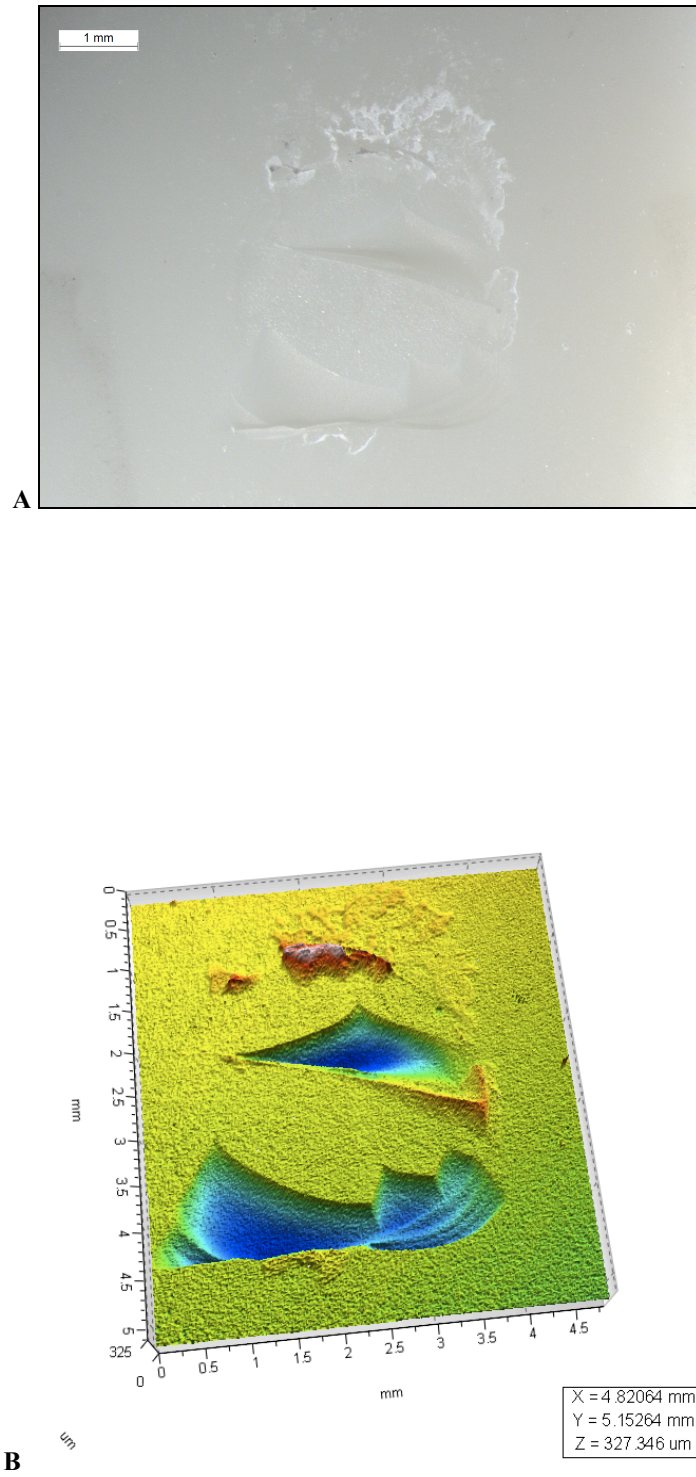


Fig. 46. A- Frattura mista adesiva + coesiva nel disilicato (F3A); **B-** lo stesso campione al profilometro.



Fig.47. Frattura mista adesiva + coesiva nel composito (F3B).

4.4 Effetti del trattamento acido sulla resistenza: *Biaxial Flexural Strength* test

I valori medi di resistenza biassiale alla flessione sono riportati nella tabella 12.

Nella tabella 13 sono invece riportati i valori medi di resistenza per i singoli trattamenti. Se si confrontano i materiali tra loro e l'interazione tra i materiali e trattamenti, (tabella 14), emerge come i valori di resistenza siano significativamente superiori per IPS e.max[®] CAD, ma che i trattamenti non influiscano su tale resistenza.

Se si considerano infine i diversi trattamenti nelle singole tipologie di materiale, (tabelle 15 e 16) si evidenzia come anche all'interno dello stesso tipo di materiale il trattamento acido non influisca sulla resistenza dei campioni.

	Media	Errore standard	Intervallo di confidenza 95%	
			Limite inferiore	Limite superiore
IPS e.max[®] CAD	695,8659	22,85159	649,9440	741,7879
IPS e.max[®] Press	588,5111	15,96803	556,4833	620,5389

Tab. 12. Valori medi di resistenza biassiale alla flessione espressi in MPa e intervalli di confidenza al 95% di IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD.

Materiale	Trattamenti	Media	DS
IPS e.max[®] Press	NT	572,1470	101,23405
	HF 5% 20 sec	617,7858	175,25015
	HF 5% 60 sec	558,8469	108,74672
	HF 9.6% 20 sec	580,2062	68,61924
	HF 9.6% 60 sec	614,2892	128,12877
	Totale	588,5111	117,34054
IPS e.max[®] CAD	NT	705,6776	154,58960
	HF 5% 20 sec	633,4204	227,19594
	HF 5% 60 sec	762,9242	129,09754
	HF 9.6% 20 sec	695,0819	121,38223
	HF 9.6% 60 sec	684,8834	167,17929
	Totale	695,8659	161,58514

Tab. 13. Valori medi di resistenza biassiale alla flessione espressi in MPa dei singoli trattamenti in entrambi i materiali.

Sorgente	F	Sig.
Materiale	12,490	,024
Trattamenti	,144	,957
Materiale * Trattamenti	1,183	,323

Tab. 14. Confronto tra IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD.

ANOVA univariata					
IPS e.max [®] CAD					
	Somma dei quadrati	df	Media dei quadrati	F	Sig.
Fra trattamenti	77982,445	4	19495,611	,730	,576
Entro trattamenti	1201395,745	45	26697,683		
Totale	1279378,190	49			

Tab. 15. Influenza dei trattamenti superficiali sulla resistenza di IPS e.max[®] CAD.

ANOVA univariata					
IPS e.max [®] Press					
	Somma dei quadrati	df	Media dei quadrati	F	Sig.
Fra trattamenti	28452,645	4	7113,161	,497	,738
Entro trattamenti	701293,913	49	14312,121		
Totale	729746,558	53			

Tab. 16. Influenza dei trattamenti superficiali sulla resistenza di IPS e.max[®] Press.

Capitolo 5

Discussione

5.1 Introduzione

Per il successo clinico a lungo termine di un restauro in ceramica, gioca un ruolo fondamentale la capacità di adesione del restauro stesso al tessuto dentale sottostante. Per la cementazione delle ceramiche vetrose, gli studi presenti in letteratura concordano sulla necessità di mordenzare e silanizzare la superficie interna del restauro prima dell'applicazione di un cemento resinoso [1, 2].

Il trattamento con acido fluoridrico porta ad una serie di cambiamenti superficiali e microstrutturali della ceramica che sono diversi a seconda della concentrazione e del tempo di applicazione dell'acido [3]. Scopo di questo studio è stato quello di valutare se tali cambiamenti influenzassero la capacità di adesione della ceramica al cemento o la resistenza meccanica del materiale.

Per quanto riguarda il disilicato di litio nelle sue più recenti formulazioni, IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD, la casa produttrice consiglia una mordenzatura con HF al 5% per 20 secondi. Tuttavia, poco si sa sulle conseguenze di un trattamento prolungato con lo stesso acido, o addirittura di una mordenzatura con concentrazioni di acido maggiori. Tale aspetto risulta inoltre importante perché, nonostante le indicazioni della casa produttrice, molti sono gli studi che utilizzano concentrazioni di acido maggiori per tempi prolungati [4-6]: questo avviene probabilmente in quanto vengono seguite le linee guida esistenti per la mordenzatura di altre ceramiche vetrose quali le feldspatiche rinforzate con leucite.

5.2 Influenza del trattamento acido sulla tessitura superficiale e sulla microstruttura

La mordenzatura con HF cambia la superficie del disilicato dissolvendo la matrice vetrosa. Tale processo crea delle irregolarità sulla superficie aumentando così l'area di contatto disponibile per l'adesione tra ceramica e cemento. Come illustrato da Yen et al [7] e da Matinlinna et al [8], l'effetto dell'acido fluoridrico può essere spiegato dalla natura chimica del trattamento di mordenzatura: l'acido reagisce con il silicio formando esafluoroisilicati che a loro volta reagiscono con l'idrogeno formando acido tetrafluorosilicico che viene portato via dal risciacquo con l'acqua; come risultato si ha una superficie microritensiva "a nido d'ape" che aumenta la ritenzione meccanica permettendo al cemento di penetrare tra le microrugosità.

Bisogna però considerare che la superficie interna di un restauro in disilicato ha già di per sé un certo grado di rugosità e quindi un certo grado di ritenzione meccanica indipendentemente dal trattamento acido. Se si osservano le immagini al profilometro (figure 1 e 2), dove sono rappresentate cinque aree di uno stesso campione nell'ambito di quelli non mordenzati e non lappati, si nota come la tessitura dell'area superficiale appaia irregolare e non omogenea nell'ambito di uno stesso campione.

Nella figura 1, dove sono rappresentate 5 aree di un campione pressato, si nota come ad aree costituite da un fondo abbastanza liscio -si osserva infatti su quasi tutta l'estensione dell'area, la predominanza del colore verde (0-20 μm)-, si alternano aree con lo stesso fondo verde su cui si sviluppano delle protuberanze nettamente più strutturate -colore giallo, arancione, bianco- con picchi che arrivano fino a 40 μm .

Nella figura 2, dove invece è rappresentato un campione CAD/CAM, si nota chiaramente come il campione presenti tutte aree con un fondo che si sviluppa attorno ai 10 μm di altezza; inoltre, sebbene sia anch'esso già in partenza strutturato, il campione risulta più omogeneo del pressato, talora solo caratterizzato da zone topograficamente diverse con aree più amorphe.

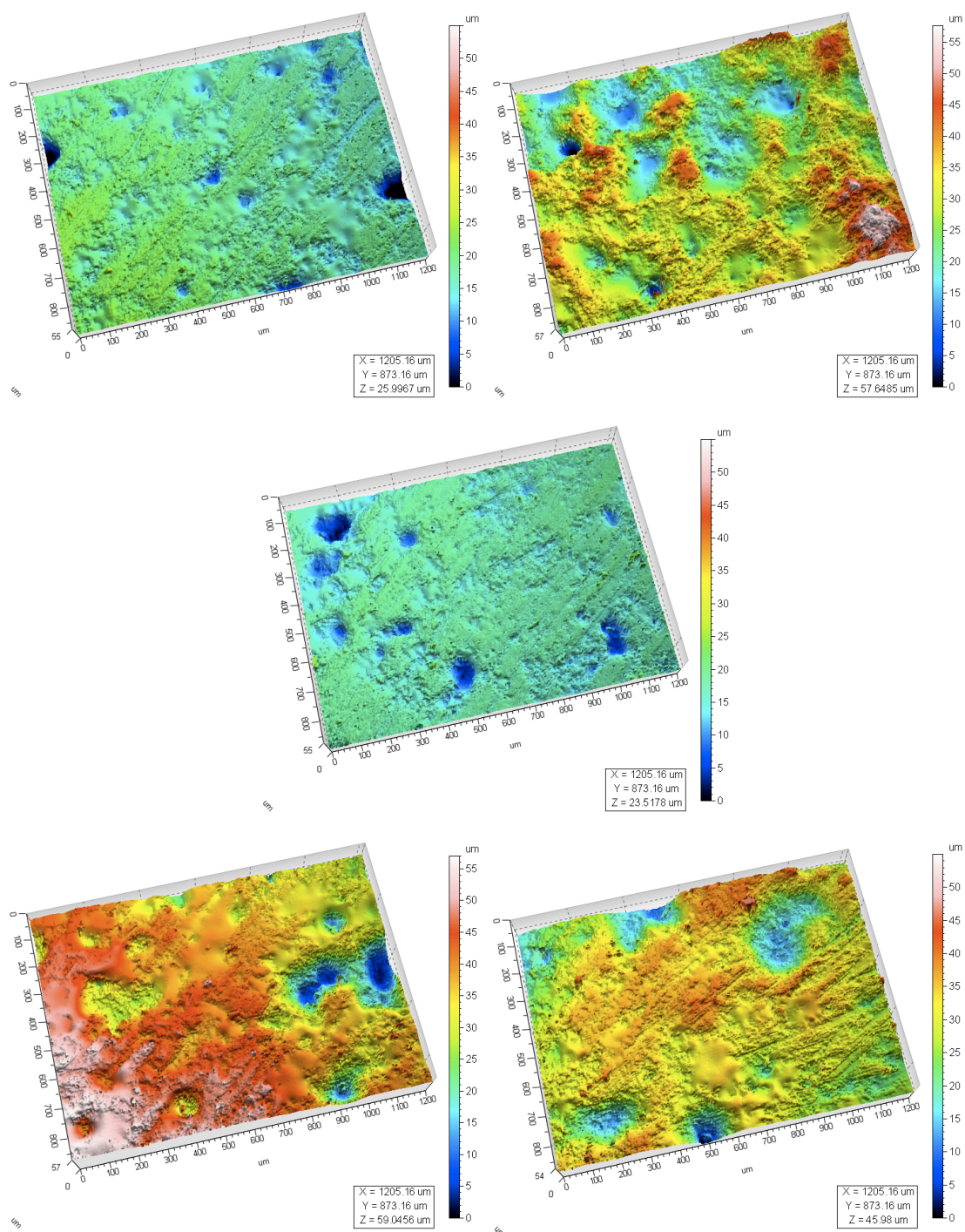


Fig.1. Immagine al profilometro di 5 aree di un campione IPS e.max® Press non trattato e non lappato.

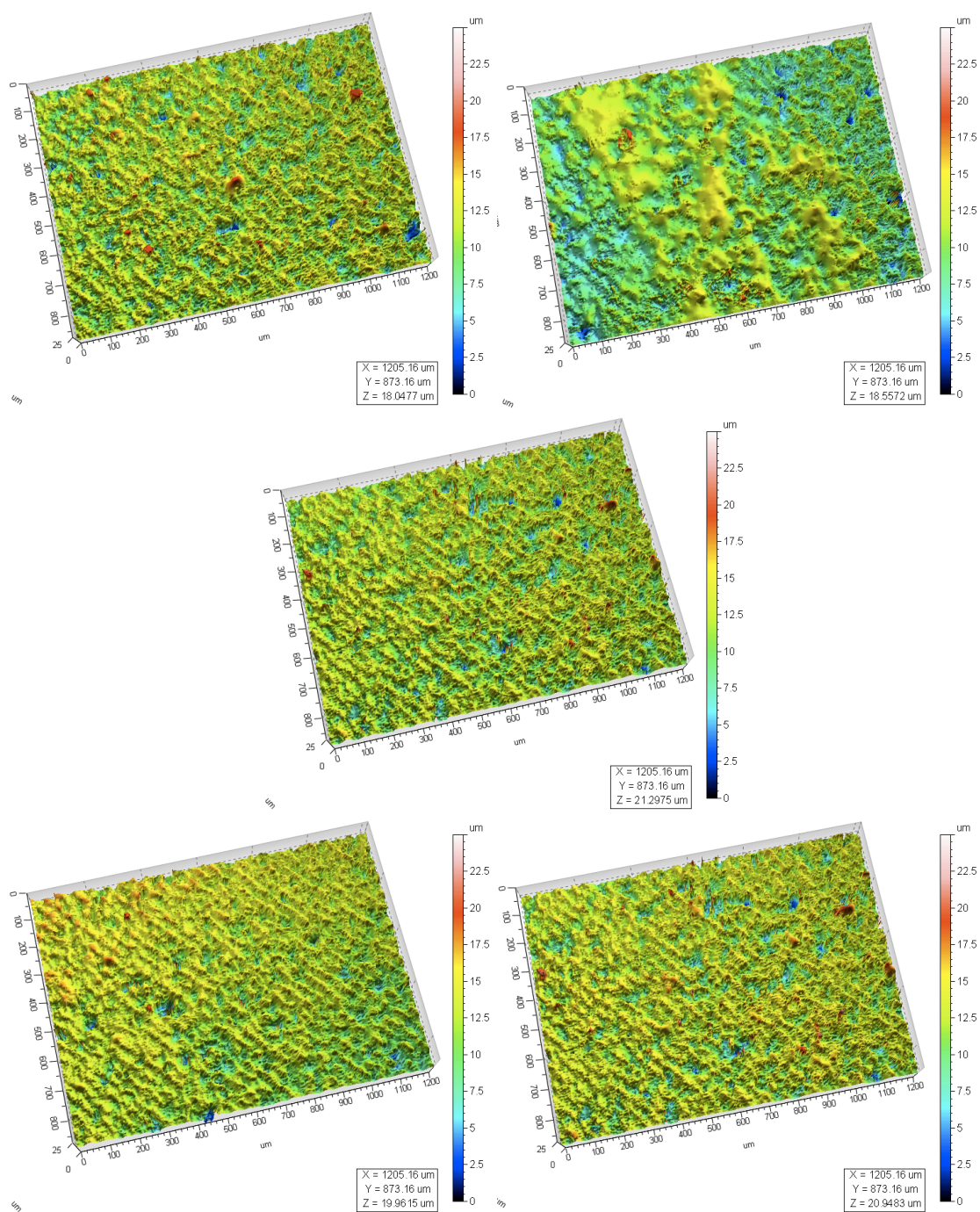


Fig.2. Immagine al profilometro di 5 aree di un campione IPS e.max[®] CAD non trattato e non lappato.

Anche dalle immagini al SEM (figura 3) risulta evidente che la superficie di partenza del campione, che è come quella interna dei restauri utilizzati clinicamente, sia di per sé una superficie notevolmente irregolare. E' invece importante sottolineare come appaia liscia e uniforme la superficie dello stesso campione dopo il trattamento di lappatura (figura 4).

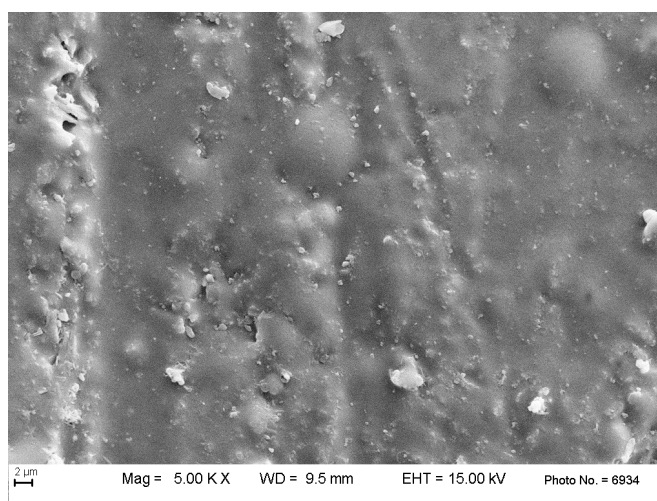


Fig. 3. Immagine al SEM di un campione non lappato.

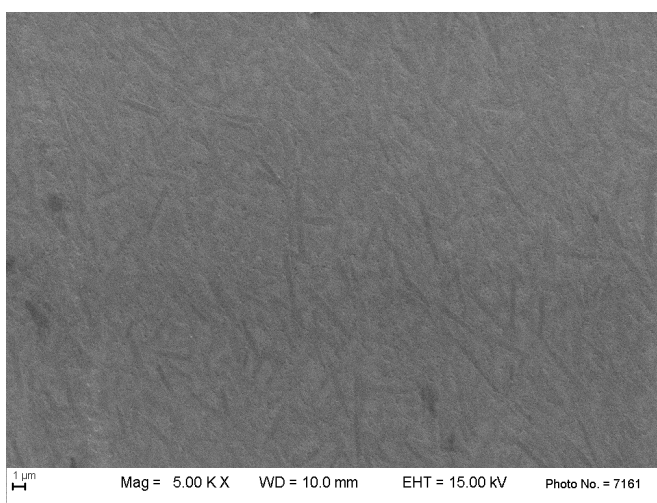


Fig. 4. Immagine al SEM dello stesso campione dopo lappatura.

Per questo motivo, in quasi tutti gli studi presenti in letteratura viene eseguita una standardizzazione della superficie di partenza dei campioni mediante rifinitura manuale o lappatura meccanica. Tale procedimento allontana però la realtà degli studi da quella

clinica, dove la superficie interna di un restauro prima della cementazione non viene lappata.

Uno dei pochi studi che tiene conto di questo aspetto, è quello pubblicato da Brum nel 2011: nello studio viene analizzata proprio l'influenza della standardizzazione delle superfici mediante rifinitura sull'adesione ceramica-cemento [9]. E' studiato il sistema IPS Empress 2 (Ivoclar, Vivadent) il disilicato di litio "precursore" del sistema IPS e.max[®] utilizzato nel nostro studio. Vengono utilizzate delle barrette di Empress 2, divise in due gruppi: rifinite e non rifinite. Dopo un trattamento con HF al 10% per 20 secondi e con silano per un minuto, alle barrette vengono cementati dei cilindri in cemento composito (Variolink II, Ivoclar, Vivadent) e vengono sottoposte a SBS test: i risultati rivelano che non c'è differenza nel livello di adesione tra i campioni rifiniti e quelli non rifiniti.

Anche se Brum ottiene questi risultati, dalle nostre osservazioni al SEM e al profilometro possiamo affermare che tra i campioni lappati e non lappati si osservano delle differenze, almeno per quanto riguarda la morfologia superficiale e microstrutturale. Se consideriamo ad esempio i valori di S_a (tabella 1 e 2 capitolo 4) nei campioni non lappati, risulta chiaro come tali valori non aumentino in maniera proporzionale all'aumento dell'aggressività dell'acido come ci si aspetterebbe e non è possibile stabilire un *trend* di variazione di tali valori. Al contrario, tale *trend* è definibile nei campioni lappati: all'aumentare della concentrazione dell'acido e del suo tempo di applicazione, aumentano i valori di rugosità superficiale. Lo stesso *trend* si può riscontrare se si considerano i valori di R_a (tabella 3 e 4 capitolo 4).

L'aumento della rugosità superficiale all'aumentare del tempo di applicazione dell'acido era già stato descritto da Zogheib et al. [10] in uno studio del 2011: la sperimentazione prevedeva la mordenzatura di campioni di IPS e.max[®] CAD con HF al 4.9% per 20, 60, 90 e 180 secondi e la rugosità superficiale espressa in R_a variava rispettivamente da 0.09 (20 sec), 0.12 (60 sec), 0.14 (90 sec) a 0.16 (180 sec) μm . In questo studio i campioni erano stati lappati e la rugosità misurata con un profilometro a contatto.

Nel nostro studio la lappatura è stata eseguita per azzerare le condizioni di partenza del campione e quindi anche la sua rugosità intrinseca e poter così valutare gli effetti della mordenzatura sulla tessitura superficiale senza altre variabili. Possiamo quindi

affermare che all'aumentare della concentrazione e del tempo di applicazione dell'acido aumenta la rugosità di superficie, ma solo se si parte da una "condizione zero" in cui il campione sia in partenza perfettamente liscio. In caso contrario, non è possibile stabilire una differenza tra i vari attacchi acidi. Per questo motivo, per rimanere il più fedeli possibile alle condizioni cliniche, i test di adesione sono stati effettuati su campioni non lappati.

Per quanto riguarda gli aspetti microstrutturali del disilicato, le osservazioni al SEM confermano i dati presenti in letteratura: i campioni non trattati mostrano una superficie compatta e vetrificata, mentre l'attacco acido dissolve la matrice vetrosa ed espone i cristalli di disilicato.

Uno studio di Borges del 2003 [11], che valuta l'effetto dell'acido sulla microstruttura del disilicato (anche in questo studio viene analizzato il sistema IPS Empress 2, precursore dell'attuale disilicato presente in commercio), considera il trattamento con HF al 10% per 20 secondi capace di esporre in maniera ottimale i cristalli. Nel suo studio però Borges non considera altri tipi di trattamento acido.

Sia lo studio di Klosa del 2013 [12] che quello di Prata del 2011 [13] mostrano delle immagini al SEM di IPS e.max[®] Press lappato e mordenzato con HF al 5% paragonabili a quelle ottenute nel nostro studio. Attualmente, a parte il già citato studio di Zogheib [10] non ci sono però degli studi che valutino la morfologia microstrutturale del sistema IPS e.max[®] con diversi trattamenti acidi.

Se consideriamo le immagini ottenute nel nostro studio, possiamo affermare che in tutti i campioni trattati con HF al 9.6% per un minuto, non è solo la matrice vetrosa ad essere attaccata, ma anche i cristalli cominciano ad essere aggrediti. Al contrario, ciò non accade con i trattamenti acidi al 5% in accordo con quanto suggerito dalla casa produttrice. Anche nelle osservazioni al SEM, i campioni lappati risultano più omogenei fornendo delle immagini più facilmente interpretabili in relazione ai diversi attacchi.

5.3 Influenza del trattamento acido sull'adesione tra disilicato e cemento resinoso

Dopo la mordenzatura dei campioni, in accordo con i dati in letteratura [2, 14-16] e con le indicazioni della casa produttrice, è stata effettuata la silanizzazione con un primer silano monocomponente a base di 3-metacrilossipropiltrimetossilano in soluzione di acqua e alcol. Il silano in presenza di acqua idrolizza formando da un lato gruppi

silanoli reattivi che reagiscono per condensazione con la superficie della ceramica idrolizzata dal trattamento acido, mentre dall'altro il gruppo metacrilato residuo polimerizza con la matrice resinosa del cemento [8].

Dopo la cementazione, i campioni sono stati conservati in acqua distillata a 37° C per 24 ore in accordo con il protocollo standard per lo *short term storage* indicato dalla norma ISO 11405 [17]. Anche se gli effetti dei cicli termici e del *long term storage* sull'adesione non sono stati valutati in questo studio, sarebbero importanti per simulare al meglio le condizioni cliniche: diversi studi dimostrano infatti come la permanenza in acqua favorisca la saturazione della resina composita con la conseguente idrolisi e degradazione dei legami Si-O-Si [12, 18].

Esistono molti metodi per valutare *in vitro* la capacità di adesione tra la ceramica e il cemento: tra questi, test di torsione, flessione, tensione e taglio sono stati utilizzati in letteratura [6], ma il test di taglio, *Shear Bond Strength test* (SBS) è il più utilizzato ed è quello che è stato effettuato in questo studio. Sono stati testati solo i campioni non lappati.

I valori di adesione ottenuti nel nostro studio indicano che per entrambe le tipologie di disilicato, (pressato e CAD/CAM), il trattamento che dà risultati migliori è quello con HF al 5% come consigliato dalla casa produttrice. E in particolare, per IPS e.max[®] Press l'adesione migliore si ha con HF al 5% per un minuto (16.8 MPa), mentre per IPS e.max[®] CAD non c'è differenza significativa tra HF 5% per 20 secondi o un minuto (21.2 e 19.5 MPa rispettivamente).

Se invece si aumentano la concentrazione e il tempo di applicazione dell'acido, si ha una sovra-mordenzatura della ceramica che comporta una significativa diminuzione della forza di adesione con il cemento (7.6 MPa con HF al 9.6%). Come suggerito da Naves in uno studio del 2010 [3], l'aumento di porosità causato dall'aumentare dell'aggressività del trattamento di mordenzatura può portare ad una mancata penetrazione della resina all'interno delle microrugosità con una conseguente diminuzione del legame all'interfaccia tra le due superfici.

La diminuzione della forza di legame all'aumentare eccessivo della mordenzatura era stato già notato da diversi autori per altri tipi di ceramiche vetrose. Ad esempio, Chen nel 1998 [19] studia l'effetto di diversi tempi di mordenzatura con HF al 5% su una ceramica feldspatica e dimostra che la forza di legame tra ceramica e composito

aumenta all'aumentare dei tempi di mordenzatura da 0 a 120 secondi, mentre dai 180 secondi in poi il legame diminuisce; Güler [6], con uno studio analogo, conferma nel 2006 i risultati di Chen.

Un'altra ipotesi legata alla diminuzione della forza di legame in caso di sovra-mordenzatura è quella suggerita da Shimada [20]: il contatto dell'HF con la superficie ceramica per troppo tempo può causare la produzione di sali di fluoruro di silicio insolubili che possono rimanere sulla superficie ceramica e influenzare negativamente la forza di adesione.

Se consideriamo infine il tipo di distacco che si è verificato tra ceramica e composito con l'SBS test, distinguiamo tre tipi di fratture. Quando si parla di frattura adesiva, si intende che la linea di frattura decorre tra due differenti tipi di materiali: in questo caso tra la ceramica e il composito. In caso di frattura coesiva invece, la frattura si verifica entro lo stesso materiale; si definiscono miste le fratture in parte adesive e in parte coesive. Quando si hanno fratture coesive o miste significa che la forza di legame tra ceramica e composito supera la resistenza del composito o della ceramica.

Dai dati ottenuti nel nostro studio (vedi tabelle 10 e 11 pag.104), possiamo affermare che il fallimento è per entrambi i materiali prevalentemente di tipo adesivo nei gruppi non trattati con HF, mentre non ci sono fratture adesive nei campioni trattati con HF al 5%, ma solo coesive o miste.

La maggior parte delle fratture per tutti i campioni trattati sono di tipo misto (adesive e coesive nel composito), a significare che l'adesione tra i due substrati è buona. E' da sottolineare come, in accordo con i risultati dell'SBS test, i gruppi che hanno avuto risultati di adesione inferiori, sono anche i gruppi che hanno sviluppato fratture di tipo adesivo: campioni non trattati e campioni con mordenzatura HF 9.6% per 20 e 60 secondi. Per quanto riguarda i campioni trattati con HF al 9.6% è ipotizzabile, come già spiegato precedentemente, che la minor adesione sia imputabile ad una incompleta penetrazione della resina all'interno delle porosità create dall'acido.

Le fratture di tipo misto che si sono verificate nei gruppi non trattati sono infine spiegabili se si considera che i campioni non trattati con HF sono innanzitutto dei campioni con una rugosità superficiale intrinseca in quanto non lappati, e in secondo luogo hanno subito il processo di silanizzazione che comunque garantisce di per sé un buon legame chimico tra ceramica e cemento resinoso.

5.4 Influenza del trattamento acido sulla resistenza biassiale alla flessione

Alcuni studi hanno riportato sia degli effetti positivi del trattamento acido sulla resistenza delle ceramiche vetrose, sia degli effetti negativi. Esistono in letteratura due teorie: una, sostenuta generalmente dalle aziende produttrici di materiali, secondo la quale l'acido, rimuovendo i difetti superficiali della ceramica, la rende più resistente; e una, al contrario, più supportata dalla letteratura odontoiatrica, in cui l'aumento della rugosità superficiale promosso dall'acido è visto come responsabile di un indebolimento della ceramica [7, 10, 20].

Da questo studio risulta invece che i trattamenti con acido fluoridrico non hanno nessuna influenza sulla resistenza del materiale: non c'è differenza statisticamente significativa se si paragonano i risultati di resistenza biassiale alla flessione dei campioni non trattati a quelli trattati; non c'è differenza neanche tra i diversi trattamenti acidi. L'aumentare della concentrazione dell'acido, anche se a livello microstrutturale e dell'interfaccia adesiva causa delle modifiche, non va ad influire sulla resistenza.

Questi risultati sono in contrasto con quelli ottenuti da Zogheib [10]: nel suo studio, dei campioni di IPS e.max[®] CAD sono stati trattati con HF al 5% per diversi tempi (20, 60, 90 e 180 secondi), e sottoposti a test di flessione uniassiale a tre punti. Secondo i dati da lui ottenuti, l'acido riduce significativamente la resistenza del materiale all'aumentare dei tempi di applicazione dell'acido. Probabilmente questi risultati sono diversi da quelli ottenuti nel nostro studio, perché i provini sono stati sottoposti a test di flessione uniassiale: in questo tipo di test, la finitura superficiale del campione influisce significativamente sui risultati [21], è probabile quindi che i campioni attaccati con HF per più tempo, avendo una maggior rugosità superficiale, risultassero al test di flessione meno resistenti.

Nel nostro studio invece, dove i provini sono stati sottoposti a test di flessione biassiale, non si è rilevata nessuna differenza: probabilmente, come già confermato da altri studi, la resistenza alla flessione delle vetroceramiche dipende più dalla struttura interna del materiale che non dalle sue caratteristiche superficiali [7].

In questa stessa ottica vanno interpretati i risultati relativi alla resistenza biassiale alla flessione se si paragona il materiale pressato con quello CAD/CAM: la microstruttura del materiale probabilmente influenza in maniera significativa la differenza di

resistenza. Se si osservano due immagini al SEM (figura 5), si nota come il materiale pressato presenti cristalli di forma allungata e di dimensioni maggiori rispetto a quello CAD/CAM, dove i cristalli sono più piccoli e rotondeggianti: presumibilmente, questo secondo tipo di microstruttura rende il materiale più compatto aumentandone la resistenza.

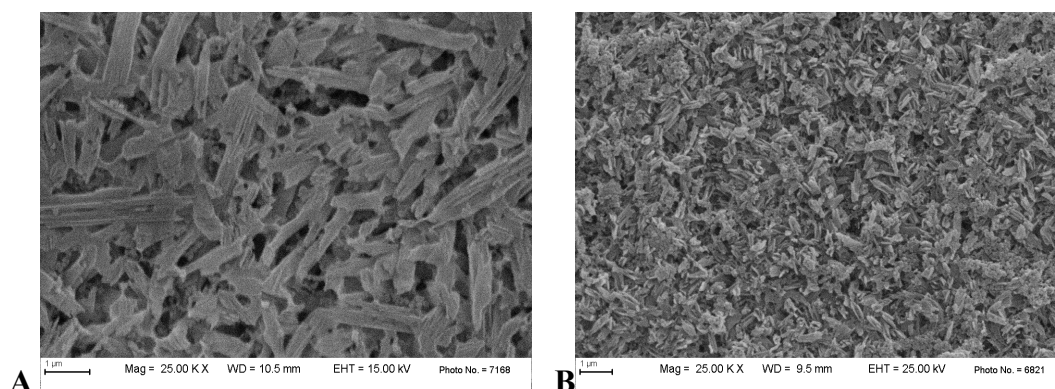


Fig.5. A- Immagine al SEM di un campione IPS e.max[®] Press; **B-** immagine al SEM di un campione IPS e.max[®] CAD.

Va però sottolineato come al contrario la tenacità, che non è stata calcolata in questo studio, ma che è una proprietà meccanica fondamentale per descrivere al meglio le caratteristiche del materiale, viene invece positivamente influenzata da una microstruttura come quella del materiale pressato: la forma allungata dei cristalli e la loro interconnessione costringono una eventuale cricca a dissipare una maggior energia nella sua propagazione aumentando il percorso intergranulare che essa compie e il lavoro necessario per provocare la frattura.

5.5 Bibliografia

- [1] Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003;89:268-74.
- [2] Liang C, Byoung IS. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Current Research in Dentistry.* 2012;3:7-17.
- [3] Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Goncalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* 35:420-7.
- [4] Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, van Noort R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent.* 2012;40:139-45.
- [5] Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater.* 2007;23:461-8.
- [6] Guler AU, Yilmaz F, Yenisey M, Guler E, Ural C. Effect of acid etching time and a self-etching adhesive on the shear bond strength of composite resin to porcelain. *J Adhes Dent.* 2006;8:21-5.
- [7] Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent.* 1993;70:224-33.
- [8] Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil.* 2007;34:622-30.
- [9] Brum R, Mazur R, Almeida J, Borges G, Caldas D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Oper Dent.* 36:478-85.

- [10] Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J.* 2011;22:45-50.
- [11] Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003;89:479-88.
- [12] Klosa K, Boesch I, Kern M. Long-term bond of glass ceramic and resin cement: evaluation of titanium tetrafluoride as an alternative etching agent for lithium disilicate ceramics. *J Adhes Dent.* 15:377-83.
- [13] Prata RA, de Oliveira VP, de Menezes FC, Borges GA, de Andrade OS, de Souza Goncalves L. Effect of 'Try-in' paste removal method on bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Dent.* 2011;39:863-70.
- [14] Barghi N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. *Compend Contin Educ Dent.* 2000;21:659-62, 64; quiz 66.
- [15] Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater.* 2004;20:338-44.
- [16] Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999;12:59-64.
- [17] International Organization for Standardization. ISO/TS 11405. Dental materials - Testing of adhesion to tooth structure. 2003.
- [18] Pollington S, Fabianelli A, van Noort R. Microtensile bond strength of a resin cement to a novel fluorcanasite glass-ceramic following different surface treatments. *Dent Mater.* 2010;26:864-72.

[19] Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent*. 1998;26:53-8.

[20] Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002;18:380-8.

[21] Fischer H, Dautzenberg G, Marx R. Nondestructive estimation of the strength of dental ceramic materials. *Dent Mater*. 2001;17:289-95.

Conclusioni

Dall'analisi e dallo studio degli effetti della mordenzatura su campioni di disilicato di litio ottenuti con differenti tecniche di lavorazione (CAD/CAM e pressatura), sono state tratte le seguenti conclusioni:

1. I campioni di disilicato di litio, sia ottenuti mediante lavorazione CAD/CAM che mediante pressatura, presentano una morfologia superficiale notevolmente irregolare.
2. Confrontando tra loro diversi campioni ottenuti con la stessa tecnica di fabbricazione, sebbene sia riconoscibile una morfologia specifica riconducibile a tale tecnica ("l'impronta della lavorazione"), le superfici presentano caratteristiche di disomogeneità.
3. Anche all'interno di uno stesso campione, se si considerano diverse aree, la morfologia superficiale appare piuttosto disomogenea per entrambe le tipologie di disilicato. Tale fenomeno è meno accentuato nei campioni IPS e.max[®] CAD.
4. La morfologia superficiale dei campioni IPS e.max[®] CAD è diversa da quella dei campioni IPS e.max[®] Press: i primi hanno uno sviluppo morfologico più denso e compatto, mentre i secondi presentano una morfologia più morbida e disomogenea.
5. La tessitura superficiale del disilicato di litio viene modificata dall'attacco con acido fluoridrico. Tale modifica non è standardizzabile a meno che la superficie di partenza del materiale non venga lappata in modo da azzerare la rugosità intrinseca del materiale.
6. In campioni lappati, l'aumento dell'aggressività dell'acido corrisponde ad un aumento di rugosità superficiale del materiale.
7. A livello microstrutturale, le immagini al microscopio ottico a scansione rivelano come l'acido disciolga la matrice vetrosa esponendo la fase cristallina del materiale.

All'aumentare dell'aggressività dell'acido, oltre alla matrice vetrosa si assiste alla parziale disgregazione dei cristalli.

8. La microstruttura dei due materiali è differente: IPS e.max[®] Press ha una struttura cristallina caratterizzata dalla presenza di cristalli a bacchetta di 3-6 μm ; IPS e.max[®] CAD ha cristalli più piccoli di forma rotondeggiante.
9. Per entrambi i tipi di materiale, se si considerano i diversi tipi di trattamento acido, HF al 5% è quello che dà risultati di adesione migliore (60 secondi per IPS e.max[®] Press e 20 o 60 secondi per IPS e.max[®] CAD). Un aumento della concentrazione dell'acido porta ad una diminuzione dell'adesione tra ceramica e cemento.
10. I valori di adesione ottenuti in questo studio sono limitati all'utilizzo di un unico cemento resinoso, ma hanno l'importante caratteristica di tenere conto della rugosità intrinseca del materiale: tutti i test sono stati eseguiti su superfici non lappate e quindi meglio rappresentative della realtà clinica.
11. La resistenza meccanica alla flessione risulta significativamente superiore in IPS e.max[®] CAD rispetto a IPS e.max[®] Press.
12. I diversi trattamenti acidi non hanno influenza sulla resistenza meccanica del materiale.

E' infine importante sottolineare come da questo studio sia emerso che, seppure il trattamento con HF al 5% dia risultati di adesione migliori, tale fenomeno non sia precisamente correlabile alla rugosità di superficie causata dal trattamento: non è infatti emersa una correlazione diretta tra aumento di rugosità e aumento dei valori di adesione. Tra i diversi fattori che influenzano l'adesione tra ceramica e cemento, se ci limitiamo a considerare quelli microstrutturali, è ipotizzabile che sia il tipo di microporosità (forma, dimensione, distribuzione e profondità dei pori) ad avere un ruolo chiave. La valutazione di tale aspetto, avvalendosi delle tecniche di analisi di immagine, potrebbe costituire il tema per ulteriori studi e approfondimenti.

Ringraziamenti

Un ringraziamento speciale al Professor Roberto Scotti, per aver offerto a me, tra i suoi tanti e validi collaboratori, questa importantissima opportunità. Per essere stato, fin dal primo giorno, innanzitutto maestro di vita oltre che straordinario insegnante per la mia professione.

Profondamente riconoscente al Professor Paolo Baldissara che con la sua genialità ha persino costruito tutti i dispositivi necessari allo svolgimento della parte sperimentale. Per la sua costante e fondamentale presenza, un grazie di cuore.

Ringrazio infinitamente il Dottor Carlo Monaco, senza il quale nulla di tutto questo sarebbe mai cominciato...

Un grazie affettuoso alla Dottoressa Maria Rosaria Gatto, ancora una volta mia sostenitrice, per avermi dedicato tantissimo tempo, e non solo per la statistica...

Grazie al Professor Giorgio Timellini, per la fiducia dimostratami in questi anni e per avermi permesso di lavorare al Centro Ceramico con la collaborazione del suo prezioso staff di tecnici e ricercatori.

Alla Dottoressa Francesca Prete e alla Dottoressa Barbara Mazzanti, un grazie di cuore: non solo per il fondamentale contributo scientifico relativo alle indagini morfologiche e microstrutturali dei campioni e per la continua collaborazione che si è rivelata fondamentale per lo svolgimento di questo lavoro, ma anche per la stima e la solidarietà che mi hanno sempre dimostrato.

All'Ingegnere Alberto Fregni e al Dottor Arturo Salomoni che con il loro costante ottimismo mi hanno sempre spronato e sostenuto, ancora grazie.

Un ringraziamento particolare anche a Daniele Naldi, insostituibile collaboratore nelle attività di laboratorio. Non dimentico la sua encomiabile capacità di archiviazione...!

Un ringraziamento alla Ivoclar Vivadent per aver fornito tutto il materiale utilizzato in questo studio e in particolare a Roberto Boccanera e Sara Libener.

Un grazie anche all'odontotecnico Luca Braccini, per aver gentilmente fabbricato i campioni e per aver pazientemente risposto a tutte le mie domande.

Infine, vorrei ringraziare tutti coloro che mi hanno supportato e sopportato durante il lungo periodo di redazione di questa tesi. In particolare, il mio grazie più sincero al Dottor Francesco Vancini, per la sua continua comprensione e infinita disponibilità. E a tutti i mitici collaboratori dello studio: a Guido, Barbara, Paola, ancora una volta, grazie!